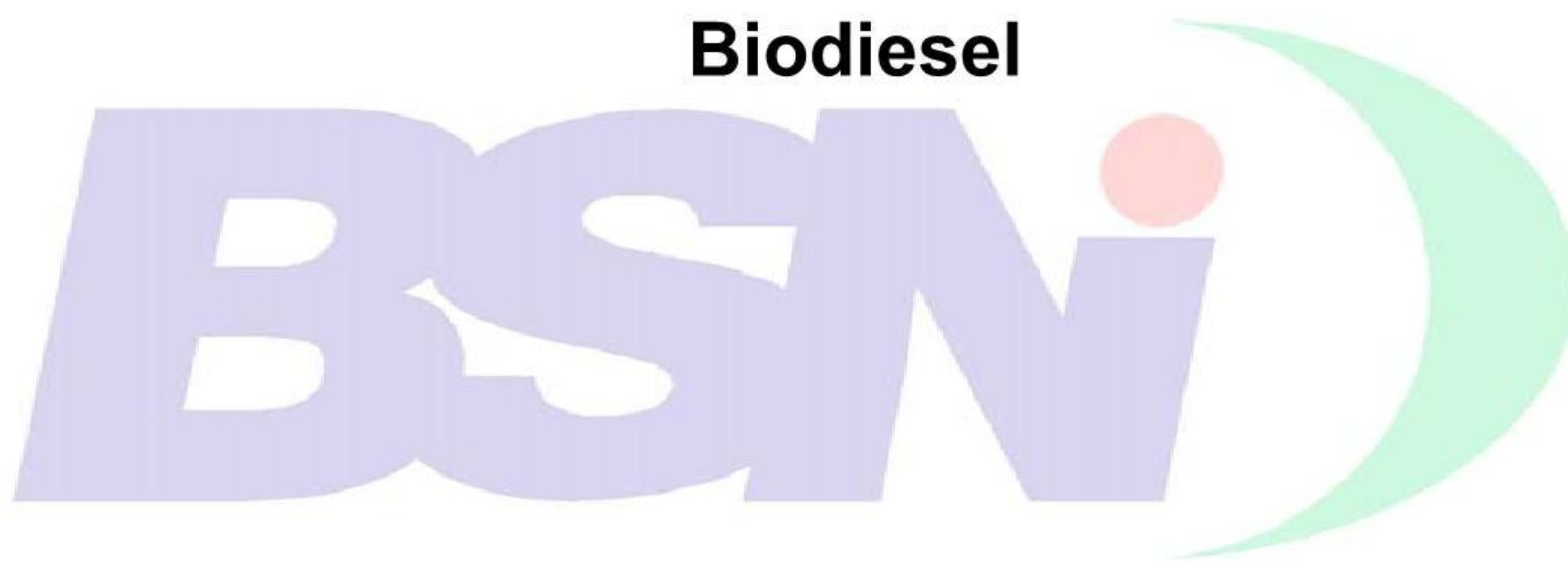


Biodiesel





© BSN 2012

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	
Daftar tabel	
Daftar gambar.....	iii
Prakata	iv
Biodiesel.....	1
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	2
4 Syarat mutu	3
5 Metode uji	4
6 Syarat lulus uji.....	5
7 Pengambilan contoh	5
8 Cara pengemasan	5
9 Metode-metode analisis.....	6
Bibliografi.....	79

Daftar tabel

Tabel 1 - Syarat mutu biodiesel.....	3
Tabel 2 - Metode uji mutu biodiesel.....	4
Tabel 3 - Tabel repitibilitas dan reproduibilitas untuk ID dan DCN.....	20
Tabel 4 - Rentang temperatur bak dan percontoh.....	24
Tabel 5 - Klasifikasi Lempeng Tembaga	25
Tabel 6 - Tahapan program pemanasan	29
Tabel 7 - Pelaporan pembacaan volume.....	36
Tabel 8 - Presisi.....	39
Tabel 9 - Kisaran konsentrasi belerang dan konsentrasi standar	46
Tabel 10 - Ukuran percontoh pengujian	53
Tabel 11 - Variasi yang diharapkan dalam hasil analisis untuk batas 95% kepercayaan.....	61



Daftar gambar

Gambar 1 - Pembacaan <i>handwheel</i> A percontoh dan bahan bakar pembanding.....	16
Gambar 2 - Pembacaan <i>handwheel</i> B percontoh dan bahan bakar pembanding.....	16
Gambar 3 - Pembacaan <i>handwheel</i> rata-rata	16
Gambar 4 - <i>Unit combustion analyzer</i>	19
Gambar 5 - Oven pemanas dan penutup	28
Gambar 6 - Vial dan pemegang percontoh vial	28
Gambar 7 - Grafik repitibilitas dan reproduibilitas.....	31
Gambar 8 - Grafik repitibilitas dan reproduibilitas dari data CCR.....	34
Gambar 9 - Unit alat distilasi vakum.....	37
Gambar 10 - Labu distilasi dan mantel pemanas	38
Gambar 12 - Sistem injeksi langsung.....	44
Gambar 13 - Sistem penghantaran dengan sampan.....	45
Gambar 14 - Diagram perangkat alat Rancimat.....	69
Gambar 15 - Diagram blok pemanas, bejana reaksi dan sel pengukur	70
Gambar 16 - Indikasi-indikasi penghentian pengukuran.....	74
Gambar 17 - Indikasi-indikasi evaluasi.....	74
Gambar 18 - Evaluasi manual kurva konduktifitas dengan penggambaran penarikan garis singgung.....	75
Gambar 19 - Kurva yang mengindikasikan adanya ketidakbersihan peralatan dan adanya asam-asam yang menguap di dalam percontoh	75
Gambar 20 - Peralatan uji oksidasi cepat skala kecil.	76

Prakata

Pemanfaatan biodiesel diarahkan untuk bisa memberikan kontribusi yang signifikan terhadap bauran energi nasional (*national energy mix*) terutama sebagai bahan bakar substitusi untuk motor diesel.

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini dirumuskan dengan tujuan untuk melindungi konsumen dari segi mutu, disamping juga melindungi produsen dan mendukung perkembangan industri biodiesel.

SNI ini disusun oleh Panitia Teknis Perumusan Standar Nasional Indonesia 27-04: Bioenergi melalui proses/prosedur perumusan standar dan terakhir dibahas dalam Forum Konsensus Panitia Teknis Bioenergi di Bali pada tanggal 1 Desember 2011, yang dihadiri oleh anggota panitia teknis dan narasumber terkait. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 10 September 2012 sampai dengan 9 November 2012.

SNI ini merupakan revisi dari SNI 04-7182-2006, *Biodiesel* dan disusun dengan memperhatikan masukan dari konsumen, produsen dan penyalur serta standar sejenis yang sudah berlaku di negara-negara lain yang pemakaian biodieselnnya sudah luas dan mencapai tahap komersial. Secara substantial perubahan dari SNI 04-7182-2006 adalah perubahan syarat tingkat korosi lempeng tembaga, angka asam, penghilangan parameter uji Halphen, penambahan parameter kestabilan oksidasi, dan penambahan sub bab metode analisis. Pertimbangan lainnya adalah ketersediaan dan keberagaman bahan baku biodiesel di tanah air.

Biodiesel

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan persyaratan mutu dan metode uji biodiesel sebagai bahan bakar substitusi atau campuran (*blending*) dengan minyak diesel fosil yang memenuhi persyaratan spesifikasi yang ditetapkan oleh instansi yang berwenang.

2 Acuan normatif

SNI 19-0429-1989, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*

ASTM D 1298, *Standard test method for density, relative density (specific gravity), or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method*

ASTM D 4052, *Standard Test Method for Density and Relative Density of Liquids by Digital Density Meter*

ASTM D 445, *Standard test method for kinematic viscosity of transparent and opaque liquids (and calculation of dynamic viscosity)*

ASTM D 613, *Standard test method for cetane number of diesel fuel oil*

ASTM D 6890, *Standard Test Method for Determination of Ignition Delay and Derived Cetane Number (DCN) of Diesel Fuel Oils by Combustion in a Constant Volume Chamber*

ASTM D 93, *Standard test method for flash – Point by pensky – Martens closed cup tester.*

ASTM D 2500, *Standard test method for cloud point of petroleum products.*

ASTM D 130 - 10, *Standard test method for corrosiveness to copper from petroleum products by copper strip test.*

ASTM D 4530, *Standard test method for determination of carbon residue (micro method).*

ASTM D 189, *Standard Test Method for Conradson Carbon Residue of Petroleum Products*

ASTM D 1160, *Standard test method for distillation of petroleum products at reduced pressure*

ASTM D 874, *Standard test method for sulfated ash from lubricating oils and additives*

ASTM D 2709, *Standard test method for water and sediment in middle distillate fuels by centrifuge*

ASTM D 5453, *Standard test method for determination of total sulfur in light hydrocarbons, motor fuels and oils by ultraviolet fluorescence*

ASTM D 1266, *Standard test method for sulfur in petroleum products (lamp method)*

ASTM D 4294, *Standard Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry*

ASTM D 2622 - 10 *Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products by Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry*

AOCS Ca 12-55, *Phosphorus (colorimetric)*

AOCS Cd 3d-63, *Acid value of fats and oils*

ASTM D 664, *Standard test method for acid number of petroleum products by potentiometric*

AOCS Ca 14-56, *Glycerol, total, free and combined*

ASTM D 6584, *Test method for determination of free and total glucerine in B-100 biodiesel methyl esters by gas chromatography*

AOCS Cd 1-25, *Iodium value of fats and oils (wijs method)*

EN 15751, *Fatty acid methyl ester (FAME) fuel and blends with diesel fuel - Determination of oxidation stability by accelerated oxidation method*

ASTM D 7545, *Standard Test Method for Oxidation Stability of Middle Distillate Fuels—Rapid Small Scale Oxidation Test (RSSOT)*

AOCS Cd 6-38, *Solid Fatty Acids in Fats and Oils*

AOCS Cd 1d-92, *Cyclohexane-Acetic Acid Method*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan dalam dokumen ini, istilah dan definisi berikut digunakan.

3.1

biodiesel

bahan bakar nabati yang berupa ester metildari asam-asam lemak (*fatty acid methyl ester*, FAME)

3.2

angka asam

banyaknya KOH dalam miligram yang dibutuhkan untuk menetralkan asam-asam bebas di dalam 1 gram percontoh

3.3

gliserol bebas

gliserol yang terdapat dalam percontoh (sampel) dalam keadaan tidak terikat dengan molekul lainnya

3.4

gliserol terikat

gliserol dalam bentuk mono-, di-, dan tri-gliserida di dalam percontoh

3.5

gliserol total

jumlah gliserol bebas dan terikat di dalam percontoh

3.6**angka penyabunan**

banyaknya KOH dalam miligram yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 gram percontoh

3.7**angka iodium**

ukuran empirik banyaknya ikatan rangkap dua di dalam (asam-asam lemak penyusun) biodiesel dan dinyatakan dalam sentigram iodium yang diabsorpsi per gram percontoh (% massa iodium terabsorpsi)

CATATAN Satu mol iodium terabsorpsi setara dengan satumol ikatan rangkap dua.

3.8**kestabilan oksidasi**

ketahanan biodiesel untuk tidak mengalami degradasi akibat otoksidasi (oksidasi oleh oksigen udara/atmosfir) dalam jangka waktu tertentu

CATATAN Manifestasi degradasi bisa berupa pembentukan asam mudah menguap, asam yang larut di dalam biodiesel dan endapan yang muncul/terbentuk ketika biodiesel dicampur dengan minyak diesel fosil.

3.9**biodiesel B-X**

bahan bakar yang merupakan campuran X % v biodiesel dengan (100-X) % v minyak diesel fosil.

CONTOH Biodiesel B-10 adalah bahan bakar campuran 10% vol biodiesel dengan 90% vol minyak diesel fosil.

4 Syarat mutu

Rincian syarat mutu biodiesel tertera pada Tabel 1 berikut ini.

Tabel 1 -Syarat mutu biodiesel

No.	Parameter uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
1	Massa jenis pada 40 °C	kg/m ³	850 – 890
2	Viskositas kinematik pd 40 °C	mm ² /s (cSt)	2,3 – 6,0
3	Angka setana	min	51
4	Titik nyala (mangkok tertutup)	°C, min	100
5	Titik kabut	°C, maks	18
6	Korosi lempeng tembaga (3 jam pada 50 °C)		nomor 1
7	Residu karbon - dalam percontoh asli atau - dalam 10 % ampas distilasi	%-massa, maks	0,05 0,3
8	Air dan sedimen	%-vol., maks	0,05
9	Temperatur distilasi 90 %	°C, maks	360
10	Abu tersulfatkan	%-massa, maks	0,02

Tabel 1 - Syarat mutu biodiesel (lanjutan)

No.	Parameter uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
11	Belerang	mg/kg, maks	100
12	Fosfor	mg/kg, maks	10
13	Angka asam	mg-KOH/g, maks	0,6
14	Gliserol bebas	% massa, maks	0,02
15	Gliserol total	% massa, maks	0,24
16	Kadar ester metil	% massa, min	96,5
17	Angka iodium	% massa (g-I ₂ /100 g), maks	115
18	Kestabilan oksidasi	menit	
	Periode induksi metode rancimat atau Periode induksi metode petro oksidasi		360 27

5 Metode uji

Metode uji mutu biodiesel tertera pada Tabel 2 berikut ini.

Tabel 2 -Metode uji mutu biodiesel

No.	Parameter	Metode uji
1	Massa jenis pada 40 °C	ASTM D 1298 atau ASTM D 4052 atau lihat bagian 9.1
2	Viskositas kinematik pd 40°C	ASTM D 445 atau lihat bagian 9.2
3	Angka setana	ASTM D 613 atau ASTM D 6890 atau lihat bagian 9.3
4	Titik nyala (mangkok tertutup)	ASTM D 93 atau lihat bagian 9.4
5	Titik kabut	ASTM D 2500 atau lihat bagian 9.5
6	Korosi lempeng tembaga (3 jam pada 50 °C)	ASTM D 130 - 10 atau lihat bagian 9.6
7	Residu karbon (mikro) - dalam percontoh asli - dalam 10 % ampas distilasi	ASTM D 4530 atau ASTM D 189 atau lihat bagian 9.7
8	Air dan sedimen	ASTM D 2709 atau lihat bagian 9.8
9	Temperatur distilasi 90 %	ASTM D 1160 atau lihat bagian 9.9
10	Abu tersulfatkan	ASTM D 874 atau lihat bagian 9.10

Tabel 2 - Metode uji mutu biodiesel (lanjutan)

No.	Parameter	Metode uji
11	Belerang	ASTM D 5453 atau ASTM D 1266, atau ASTM D 4294 atau ASTM D 2622 atau lihat bagian 9.11
12	Fosfor	AOCS Ca 12-55 atau lihat bagian 9.12
13	Angka asam	AOCS Cd 3d-63 atau ASTM D 664 atau lihat bagian 9.13
14	Gliserol bebas	AOCS Ca 14-56 atau ASTM D 6584 atau lihat bagian 9.14
15	Gliserol total	AOCS Ca 14-56 atau ASTM D 6584 atau lihat bagian 9.14
16	Kadar ester metal	lihat bagian 9.15
17	Angka iodium	AOCS Cd 1-25 atau lihat bagian 9.16
18	Stabilitas oksidasi	
	a. Metode Rancimat	EN 15751 atau lihat bagian 9.17.1
	b. Metode Petro Oksi	ASTM D 7545 atau lihat bagian 9.17.2

6 Syarat lulus uji

Percontoh dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu sesuai dengan Tabel 1.

7 Pengambilan contoh

Cara pengambilan percontoh sesuai dengan SNI 19-0429-1989, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*.

8 Cara pengemasan

Produk dikemas dalam wadah tertutup, tidak menimbulkan reaksi terhadap isi, dan aman selama pengangkutan dan penyimpanan.

9 Metode-metode analisis

9.1 Metode penentuan massa jenis pada 40 °C

9.1.1 Metode penentuan massa jenis pada 40 °C, dengan hidrometer

9.1.1.1 Ringkasan prosedur

Percontoh pada temperatur tertentu dipindahkan ke silinder gelas pada temperatur kira-kira sama. Hidrometer yang sesuai dicelupkan ke dalam percontoh dan dibiarkan mengapung. Bila temperatur kesetimbangan telah tercapai, baca dan catat skala hidrometer dan temperatur pengamatan percontoh.

9.1.1.2 Peralatan

9.1.1.2.1 Hidrometer gelas, berskala unit densitas, gravitas spesifik (densitas relatif) atau gravitas API sesuai yang diperlukan.

9.1.1.2.2 Termometer dengan kisaran temperatur -5°F sampai 215°F atau dengan kisaran -1 °C s/d +38°C atau -20 °C s/d +102 °C.

9.1.1.2.3 Silinder gelas yang mempunyai lekuk bagian atas untuk memudahkan penuangan, mempunyai diameter dalam sedikitnya 25 mm lebih besar dari diameter luar hidrometer dan mempunyai tinggi sedemikian rupa sehingga jarak antara dasar silinder dengan bagian bawah hidrometer pada saat mengapung setidaknya 25 mm.

9.1.1.2.4 Penangas air temperatur konstan.

9.1.1.3 Prosedur pengujian

9.1.1.3.1 Usahakan temperatur percontoh, silinder gelas termometer yang akan digunakan mendekati temperatur uji sesuai.

9.1.1.3.2 Pindahkan percontoh ke dalam silinder gelas dengan hati-hati, usahakan tidak terbentuk gelembung udara, jika masih terbentuk hilangkan dengan sentuhan kertas saring.

9.1.1.3.3 Letakkan silinder yang berisi percontoh pada posisi tegak dan bebas dari aliran udara. Jaga temperatur sekeliling silinder tidak berubah lebih dari 2°C. Penggunaan penangas air bila temperatur pengujian berbeda jauh dengan temperatur sekeliling.

9.1.1.3.4 Masukkan ujung bawah hidrometer perlahan-lahan ke dalam percontoh. Hindarkan pengaruh kelembaban pada batang hidrometer yang akan dicelupkan ke dalam cairan. Aduk cairan dengan termometer secara teratur, jaga agar ujung bola air raksa tetap tenggelam dan batang hidrometer bagian atas permukaan cairan tidak dipengaruhi kelembaban. Catat temperatur percontoh dengan ketelitian 0,2°C (0,5°F) pada saat didapat pembacaan tetap, kemudian angkat termometer.

9.1.1.3.5 Tekan hidrometer kira-kira dua bagian skala kedalaman cairan, kemudian lepaskan. Biarkan hidrometer mengapung bebas dari sentuhan dinding silinder sampai keadaan diam. Usahakan letak hidrometer berada di tengah silinder.

9.1.1.3.6 Amati skala hidrometer, kemudian baca dan catat sampai ketelitian 0,000 1 untuk densitas (Lihat catatan di bawah).

9.1.1.3.7 Aduk percontoh secara hati-hati dengan termometer, segera setelah pembacaan dilakukan. Catat temperatur percontoh hingga ketelitian $0,2^{\circ}\text{C}$. Bila pembacaan temperatur berbeda lebih dari $0,5^{\circ}\text{C}$ dari pembacaan sebelumnya, ulang kembali uji hidrometer sampai pembacaan temperatur uji tetap, tidak lebih dari $0,5^{\circ}\text{C}$.

CATATAN Pembacaan skala hidrometer yang benar untuk percontoh jernih dan tembus pandang adalah titik perpotongan dimana pandangan mata merupakan garis lurus dengan permukaan contoh, titik ini diamati dengan cara menempatkan mata sedikit di bawah permukaan cairan, pelan-pelan mata dinaikkan hingga permukaan dimana tampak garis lurus memotong skala hidrometer. Untuk percontoh keruh dan berwarna gelap, tempatkan mata sedikit di atas permukaan cairan, baca skala dimana permukaan cairan yang naik pada miniskus hidrometer.

9.1.1.4 Presisi

Presisi adalah ukuran ketelitian hasil uji yang dilakukan berulang. Dua bentuk presisi seperti berikut:

Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin dan dalam waktu yang berdekatan.

$$r = 0,5$$

Reprodusibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh dua orang penguji dari laboratorium yang berbeda dengan metode uji yang sama dan kondisi kerja yang konstan.

$$R = 1,2$$

9.1.1.5 Pelaporan

Laporkan nilai akhir massa jenis dalam kg/m^3 pada 40°C dengan pembulatan 0,1.

9.1.2 Metode penentuan massa jenis pada 40°C , dengan densitimeter digital

9.1.2.1 Ringkasan prosedur

Percontoh ($\pm 0,7$ ml) disuntikkan ke dalam tabung yang berosilasi sehingga terjadi perubahan frekuensi osilasi yang disebabkan oleh perubahan berat tabung. Perubahan frekuensi tersebut dihubungkan dengan data kalibrasi untuk menentukan densitas percontoh yang bersangkutan.

9.1.2.2 Peralatan

9.1.2.2.1 *Digital Density analyzer*- Alat uji densitas, terdiri dari tabung osilasi bentuk U, sistem elektronik untuk perhitungan frekuensi, eksitasi, dan *display*.

9.1.2.2.2 Bak penangas dengan alat sirkulasi dan pengatur temperatur konstan.

9.1.2.2.3 *Syringe*, alat injeksi percontoh sedikitnya kapasitas 2 ml dengan ujung yang sesuai dengan alat.

9.1.2.2.4 Adapter tekanan-untuk memompa cairan dalam tabung osilasi.

9.1.2.2.5 Termometer terkalibrasi dengan skala sampai $0,1^{\circ}\text{C}$.

9.1.2.3 Bahan-bahan

- 9.1.2.3.1 Air suling - digunakan sebagai standar kalibrasi.
- 9.1.2.3.2 Nafta - untuk membersihkan percontoh kental dalam tabung.
- 9.1.2.3.3 Aseton - untuk pembersih dan pengering tabung.
- 9.1.2.3.4 Udara kering - untuk menghembuskan tabung osilator.

9.1.2.4 Kalibrasi peralatan

9.1.2.4.1 Kalibrasi alat perlu dilakukan pada saat alat pertama kali dipasang, dan pada saat dilakukan perubahan temperatur pengujian. Selanjutnya, kalibrasi perlu dilakukan setiap minggu selama penggunaan rutin. Berikut ini adalah langkah kalibrasi dengan menggunakan air *ultra pure*.

9.1.2.4.2 Hidupkan alat densitimeter, akan tampil dimonitor parameter densitas, temperatur 15,56°C, SG, kondisi validitas temperatur dan gambar simulasi untuk aliran percontoh (tabung berbentuk U).

9.1.2.4.3 Sambungkan selang pompa ke adapter dan aktifkan pompa.

9.1.2.4.4 Setelah pompa dimatikan, pastikan nilai densitas udara pada 15,56°C adalah 0,001219 g/cm³. Atau dalam kisaran 0,001 169 s/d 0,001 269.

9.1.2.4.5 Hisap percontoh air *ultra pure* dengan *syringe* hingga penuh dan hadapkan ke atas, lalu keluarkan sedikit, untuk memastikan tidak ada gelembung udara.

9.1.2.4.6 Masukkan ujung *syringe* pada pipa aliran masuk percontoh, tekan *syringe* sehingga aliran percontoh tampak pada monitor gambar simulasi pipa U.

9.1.2.4.7 Perhatikan aliran percontoh dan pastikan tidak ada gelembung udara pada gambar pipa U.

9.1.2.4.8 *Syringe* tetap tergantung pada adapter. Dan tunggu hasil kesetimbangan temperatur pengukuran tercapai.

9.1.2.4.9 Pengukuran hasil telah tercapai dan benar, bila ada tanda kata-kata "valid" pada alat.

9.1.2.4.10 Dan ada tanda $\sqrt{}$ hijau, di bagian atas sebelah kanan monitor.

9.1.2.4.11 Kalibrasi alat dianggap benar dan valid bila hasil pengukuran densitas air *ultra pure* pada temperatur 15,56°C adalah 0,999 01 atau dalam rentang 0,998 96 – 0,999 06

9.1.2.5 Prosedur pengujian

9.1.2.5.1 Hidupkan alat densitimeter, akan tampil parameter densitas, temperatur 15,56°C, SG, kondisi validitas temperatur dan gambar simulasi untuk aliran percontoh (tabung berbentuk U).

9.1.2.5.2 Aktifkan pompa beberapa detik, untuk membersihkan alat uji.

9.1.2.5.3 Setelah pompa dimatikan, pastikan nilai densitas udara pada 15,56°C adalah 0,001 219 g/cm³ atau dalam kisaran 0,001 169 – 0,001 269.

9.1.2.5.4 Kocok percontoh sampai homogen.

9.1.2.5.5 Hisap percontoh dengan *syringe* hingga penuh dan hadapkan ke atas, lalu keluarkan sedikit, untuk memastikan tidak ada gelembung udara.

9.1.2.5.6 Untuk percontoh fraksi ringan (C5-100°C) tutup lubang adapter sebelah kanan (aliran keluar), untuk menghindari gelembung udara. Untuk percontoh fraksi di atas 100°C, biarkan terbuka.

9.1.2.5.7 Hadapkan *syringe* pada pipa aliran masuk percontoh, tekan *syringe* sehingga aliran percontoh tampak pada monitor simulasi gambar pipa U.

9.1.2.5.8 Perhatikan aliran percontoh dan pastikan tidak ada gelembung udara pada gambar pipa U.

9.1.2.5.9 *Syringe* tetap tergantung pada adapter dan tunggu hasil kesetimbangan temperatur pengukuran tercapai.

9.1.2.5.10 Pengukuran hasil telah tercapai dan benar, bila ada tanda kata-kata "valid" pada alat dan ada tanda ✓ hijau, di bagian atas sebelah kanan monitor.

9.1.2.6 Pelaporan

Angka yang terbaca pada *densitymeter* adalah angka densitas final. Angka dilaporkan hingga empat angka di belakang koma. Sertakan satuan (g/ml), kg/m³, atau sebagai densitas relatif. 1 kg/m³ = 1 000 g/ml dan temperatur pengukuran (misalnya densitas pada 20°C = 0,876 5 g/ml atau densitas relatif, 20/20°C = 0,xxxx).

9.1.2.7 Presisi

Presisi metoda pengujian pada kondisi temperatur uji 15°C dan 20°C dan kisaran harga densitas 680 – 970 kg/m³ dengan kriteria tingkat kepercayaan 95% adalah:

Repitibilitas : 0,1
Reprodusibilitas : 0,5

9.2 Metode penentuan viskositas kinematik pada 40°C

9.2.1 Ringkasan prosedur

Waktu (diukur dalam detik) yang diperlukan suatu volume cairan untuk mengalir secara gravitasi melalui kapiler viskometer yang terkalibrasi pada suatu temperatur yang terkendali dengan teliti. Viskositas kinematik adalah hasil perkalian waktu alir terukur dengan konstanta kalibrasi viskometer.

9.2.2 Peralatan

9.2.2.1 Viskometer tipe kapiler gelas, terkalibrasi, dan mampu untuk mengukur viskositas kinematik dengan batas ketelitian yang telah ditentukan pada butir 9.2.8. Viskometer yang digunakan disini adalah tipe *Cannon-Fenske Routine* dan *Opaque*.

9.2.2.2 Peralatan viskositas kinematik otomatis dengan batas ketelitian yang diberikan pada butir 9.2.8 dapat juga dipakai, viskositas kurang dari 10 cSt dan waktu alir kurang dari 200 detik memerlukan koreksi energi kinetik.

9.2.2.3 Pemegang viskometer, untuk menahan viskometer pada posisi tegak lurus, sama dengan ketika dikalibrasi. Bak dan termostat viskometer, yang berisi cairan transparan, bak harus cukup dalam, sehingga selama pengukuran tidak ada percontoh yang berada kurang dari 20 mm di bawah permukaan dan kurang dari 20 mm dari dasar bak.

9.2.2.4 Pengukuran temperatur bak harus sedemikian rupa sehingga bervariasi tidak lebih dari 0,01°C (0,02°F) sepanjang viskometer atau lokasi termometer. Di luar daerah ini variasi temperatur tidak lebih dari 0,03°C (0,05°F).

9.2.2.5 Alat pengukur temperatur. Termometer gelas yang standar dengan akurasi sesudah koreksi 0,02°C (0,04°F) dapat dipakai, dianjurkan untuk menggunakan dua termometer, yang hanya berbeda 0,04°C (0,07°F).

9.2.2.6 Alat pencatat waktu. Alat pencatat waktu (timer) yang digunakan dapat membaca perbedaan waktu 0,1 detik atau lebih baik dengan akurasi $\pm 0,07\%$ bila diuji selama 15 menit.

9.2.3 Bahan-bahan

9.2.3.1 Pelarut, pelarut yang dapat bercampur dengan percontoh dan mudah menguap misalnya petroleum eter.

9.2.3.2 Larutan asam *chrom*, untuk membersihkan alat-alat gelas.

9.2.3.3 Aseton.

9.2.4 Persiapan percontoh

9.2.4.1 Aduk percontoh cair hingga homogen, lalu saring ke dalam gelas piala 100 ml yang bersih dengan melalui penyaring kasa ukuran 200 mesh (75 μm) untuk memisahkan partikel-partikel yang ada dalam percontoh (bila ada) hingga diperoleh filtrat sebanyak ± 100 ml. Filtrat adalah percontoh untuk diuji viskositasnya.

9.2.4.2 Bila percontoh tidak cair (setengah beku dan beku) maka panaskan percontoh dalam penangas air agar percontoh mencair yang diperkirakan cukup untuk mengalir, temperatur bak penangas air sedikit lebih tinggi dari pada temperatur titik tuang percontoh (diperkirakan). Lalu saring (bila perlu) seperti butir 9.2.4.1.

9.2.5 Prosedur pengujian

9.2.5.1 Viskometer yang digunakan untuk cairan yang transparan yang sesuai dengan percontoh.

9.2.5.2 Siapkan viskometer pada wadah yang mampu terukur dengan kisaran temperatur tertentu.

9.2.5.3 Setengah jam dianjurkan, kecuali untuk viskositas kinematik yang tertinggi.

9.2.5.4 Jika percontoh tidak mengandung bahan yang volatil, gunakan penyedot atau vakum sampai permukaan percontoh mencapai posisi dalam pipa kapiler viskometer

sekitar 7 mm di atas tanda batas laju alir dimulai, kecuali jika prosedur operasi instrumen yang digunakan menunjukkan tanda batas lain. Ukur laju alir percontoh yang mengalir dengan baik, dalam satuan detik dengan skala 0,1 detik, dimulai dari tanda batas pertama dan dihentikan pada tanda batas kedua. Jika waktu alir yang terukur kurang dari batas minimum, pilih viskometer lain yang memiliki diameter lebih kecil, dan ulangi uji.

9.2.5.5 Ulangi prosedur 9.2.5.4. untuk mendapatkan pengukuran kedua (duplo) laju alir. Catat kedua laju alir yang terukur.

9.2.5.6 Jika kedua hasil pengukuran sesuai dengan determinabilitas pada 9.2.8, dan rata-ratakan hasil pengukuran untuk menghitung viskositasnya. Jika tidak sesuai, ulangi pengukuran setelah viskometer dicuci dan dibersihkan. Jika bahan, contoh, atau keduanya tidak tercantum, jika temperatur diantara 15 dan 100°C gunakan pendekatan determinabilitas 0,20% dan 0,35% untuk temperatur diluar kisaran 15°C sampai dengan 100°C.

9.2.6 Perhitungan

Hitung viskositas kinematik dari pengukuran waktu alir dan konstanta tabung viskometer, dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$v = C \times t$$

Keterangan:

v adalah viskositas kinematik, cSt (mm^2/detik)
C adalah konstanta viskometer, cSt/detik ($\text{mm}^2/\text{detik}^2$) dan
t adalah waktu alir dalam detik

9.2.7 Pelaporan

Laporkan hasil pengukuran baik dalam viskositas kinematik atau viskositas dinamik ataupun keduanya pada temperatur ujinya.

9.2.8 Presisi

Determinatilitas, adalah perbedaan antara hasil uji yang diperoleh operator yang sama, pada kondisi dan untuk percontoh yang sama, agar menghasilkan satu hasil.

$$\text{Determinatilitas: } 0,0013(y+1)$$

Keterangan:

y adalah rata-rata yang terhitung dan dibandingkan.

Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin, dan dalam waktu yang dekat.

$$\text{Repitibilitas: } 0,0043(x+1)$$

Keterangan:

x adalah rata-rata hasil yang dibandingkan.

Reprodusibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh dua orang penguji dari laboratorium yang berbeda dengan metode uji yang sama dan kondisi kerja yang konstan.

Reprodusibilitas: $0,008\ 2\ (x+1)$

Keterangan:

x adalah rata-rata hasil yang dibandingkan.

9.3 Metode penentuan angka setana

9.3.1 Metode penentuan angka setana biodiesel

9.3.1.1 Ruang lingkup

Metode ini meliputi penentuan angka setana dari bahan bakar diesel menggunakan mesin diesel standar satu silinder, 4 langkah, injeksi tidak langsung, dan rasio kompresi yang bervariasi. Rentang skala angka setana dari 0 sampai 100, tetapi pengujian angka setana biasanya dalam rentang 30 sampai 65.

9.3.1.2 Dokumen acuan

ASTM D 613, *Standard Test Method for Cetane Number of Diesel Fuel Oil*.

9.3.1.3 Definisi

9.3.1.3.1 Angka setana adalah ukuran unjuk kerja pembakaran bahan bakar diesel yang diperoleh dengan membandingkannya dengan bahan bakar referensi/standar pada mesin uji standar.

9.3.1.3.2 Rasio kompresi adalah perbandingan volume ruang bakar termasuk ruang pembakaran awal pada saat piston berada pada titik mati bawah dengan volume ruang bakar tersebut pada saat piston berada pada titik mati atas.

9.3.1.3.3 *Ignition delay*/penyalan tunda adalah waktu periode – dinyatakan dalam derajat sudut engkol – antara bahan bakar mulai diinjeksikan dan mulai terbakar.

9.3.1.3.4 Setana meter adalah instrumen elektrik yang menunjukkan waktu injeksi bahan bakar dan penyalan tunda dengan menerima impuls-impuls dari transduser.

9.3.1.4 Prinsip

Angka setana bahan bakar diesel ditentukan dengan membandingkan karakteristik pembakarannya pada mesin uji dengan karakteristik campuran bahan bakar referensi/standar yang telah ditentukan angka setananya pada kondisi operasi standar. Hal ini dipenuhi dengan menggunakan prosedur pembatasan "*handwheel*" yang mengubah-ubah rasio kompresi (pembacaan "*handwheel*") bahan bakar percontoh dan masing-masing bahan bakar referensi untuk mendapatkan penyalan tunda spesifik dengan menginterpolasi angka setana berdasarkan pembacaan skala pada "*handwheel*".

9.3.1.5 Peralatan

9.3.1.5.1 Mesin CFR F.5 : Unit penguji angka setana terdiri dari mesin silinder tunggal yang terdiri dari *crankcase* standar, sistem pompa bahan bakar, silinder dengan jenis *head precombustion chamber* dan dilengkapi dengan instrumen-instrumen pengukuran seperti temperatur, temperatur oil, dan waktu injeksi bahan bakar.

9.3.1.5.2 Gelas ukur, digunakan untuk membuat campuran bahan bakar pembanding dengan kapasitas 1 000 ml.

9.3.1.6 Bahan

9.3.1.6.1 n-Setana (n-Heksadekana) dengan kemurnian minimum 99,0% digunakan sebagai komponen acuan berangka setana 100.

9.3.1.6.2 Heptamethylnonane dengan kemurnian 98,0%, digunakan sebagai komponen acuan berangka setana 15.

9.3.1.6.3 Bahan bakar T, adalah bahan bakar minyak diesel fosil dengan angka setana rata-rata CN_{ARV} berkisar 73-75.

9.3.1.6.4 Bahan bakar U, adalah bahan bakar minyak diesel fosil dengan angka setana rata-rata CN_{ARV} berkisar 20-22.

9.3.1.7 Standardisasi

Angka setana percontoh harus diperoleh pada mesin CFR yang telah distandarisasi. Mesin dikatakan standar apabila hasil uji dari percontoh bahan bakar standar tidak melebihi batas yang diperbolehkan. Bahan bakar standar adalah T dan U dalam komposisi tertentu.

Frekuensi pengecekan/uji standar dilakukan :

9.3.1.7.1 Apabila kondisi standar operasi telah menyimpang.

9.3.1.7.2 Setelah dilakukan pembongkaran ruang bakar mesin (*top overhaul*).

9.3.1.8 Cara kerja

9.3.1.8.1 Kondisi operasi standar

Berikut adalah kondisi operasi standar yang diamati selama pengujian:

9.3.1.8.1.1 Putaran mesin, (900 ± 9) rpm.

9.3.1.8.1.2 Pembukaan katup *intake* $(10,0 \pm 2,5)^\circ$ setelah titik mati atas dan katup pada 34° setelah titik mati bawah.

9.3.1.8.1.3 Pembukaan katup *exhaust* 40° sebelum titik mati bawah pada putaran kedua poros engkol/*flywheel*, penutupan katup $(15,0 \pm 2,5)^\circ$ setelah titik mati atas pada putaran berikutnya.

9.3.1.8.1.4 Waktu injeksi $13,0^\circ$ sebelum titik mati atas.

9.3.1.8.1.5 Tekanan pembukaan nosel injektor, $(10,3 \pm 0,34)$ Mpa atau (1500 ± 50) psi

9.3.1.8.1.6 Laju alir injeksi, $(13,0 \pm 0,2)$ ml/menit $((60 \pm 1)$ detik per 13,0 mililiter).

9.3.1.8.1.7 Temperatur injektor pendingin $(-38 \pm 3)^\circ\text{C}$.

9.3.1.8.1.8 Celah katup pada saat dingin:

9.3.1.8.1.8^a Katup *inlet*: 0,007 5 mm (0,004 inci)

9.3.1.8.1.8^b Katup *exhaust*: 0,330 mm (0,014 inci)

9.3.1.8.1.9 Celah katup pada saat panas – celah katup *intake* maupun *exhaust* ditetapkan pada $(0,20 \pm 0,0025)$ mm.

9.3.1.8.1.10 Tekanan oli : $(172 - 207)$ kPa atau $(25-30)$ psi.

9.3.1.8.1.11 Temperatur oli : $(57 \pm 8)^{\circ}\text{C}$ atau $(135 \pm 15)^{\circ}\text{F}$.

9.3.1.8.1.12 Temperatur pendingin silinder : $(100 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ atau $(212 \pm 3)^{\circ}\text{F}$.

9.3.1.8.1.13 Level cairan pendingin silinder: pada saat panas ± 1 cm dari tanda *LEVEL HOT* pada kondensor pendingin.

9.3.1.8.2 Pengujian

9.3.1.8.2.1 Masukkan percontoh ke dalam tangki bahan bakar, bersihkan tangki bahan bakar, hilangkan udara dari jalur bahan bakar sampai pompa dan posisikan katup pemilihan bahan bakar sehingga mesin beroperasi menggunakan bahan bakar tersebut.

9.3.1.8.2.2 Periksa laju alir bahan bakar dan atur laju alir pada pompa bahan bakar sehingga mendapatkan laju alir 13 mililiter per menit. Ukuran laju alir akhir harus dibuat (60 ± 1) detik. Catat pembacaan laju alir untuk referensi.

9.3.1.8.2.3 Atur waktu injeksi pompa bahan bakar menjadi $(13,0 \pm 0,2)^{\circ}$.

9.3.1.8.2.4 Atur *handwheel* untuk mendapatkan pembacaan penyalaan tunda $(13,0 \pm 0,2)^{\circ}$ lakukan *setting* terakhir dengan memutar *handwheel* searah jarum jam untuk menghilangkan tendangan pada mekanisme *handwheel* dan potensi kesalahan.

9.3.1.8.2.5 Tunggu 5-10 menit untuk mendapatkan pembacaan injeksi dan penyalaan tunda menjadi stabil.

9.3.1.8.2.6 Waktu yang digunakan untuk percontoh dan bahan bakar standar harus konsisten dan tidak lebih dari 3 menit.

9.3.1.8.2.7 Perhatikan dan catat pembacaan *handwheel* sebagai indikasi representatif karakteristik pembakaran percontoh.

9.3.1.8.3 Bahan bakar pembanding I

9.3.1.8.3.1 Buat bahan bakar pembanding I sebanyak 400 ml atau 500 ml yang terbuat dari campuran bahan bakar referensi/standar (bahan bakar T dan U) yang mendekati/di bawah perkiraan angka setana percontoh.

9.3.1.8.3.2 Angka setana campuran bahan bakar pembanding ini dapat dilihat pada Tabel hasil pengujian laboratorium yang didapat dari pemasok.

9.3.1.8.3.3 Masukkan ke tangki bahan bakar kedua. Lakukan *flushing* ke sistem jalur bahan bakar seperti yang dilakukan terhadap bahan bakar percontoh.

9.3.1.8.3.4 Lakukan pengaturan dan pengukuran waktu injeksi dan penyalaan tunda. Catat hasil pembacaan *handwheel*.

9.3.1.8.4 Bahan bakar pembanding II

9.3.1.8.4.1 Buat bahan bakar pembanding II sebanyak 400 atau 500 ml yang terbuat dari campuran bahan bakar referensi/standar (bahan bakar T dan U) yang mendekati/ di atas perkiraan angka setana percontoh sehingga hasil pembacaan *handwheel* bahan bakar ini mengapit pembacaan *handwheel* percontoh. Perbedaan angka setana dua bahan bakar pembanding ini tidak lebih dari 5,5. Biasanya campuran dengan perbedaan 5 persen volume bahan bakar T akan menghasilkan rentang angka setana sekitar 2,7. Campuran dengan perbedaan 10 persen volume bahan bakar T akan menghasilkan rentang angka setana sekitar 5,3.

9.3.1.8.4.2 Masukkan bahan bakar ini ke tangki ketiga. Lakukan flushing ke sistem jalur bahan bakar seperti yang dilakukan terhadap bahan bakar percontoh.

9.3.1.8.4.3 Lakukan pengaturan dan pengukuran waktu injeksi dan penyalaan tunda. Catat hasil pembacaan *handwheel*.

9.3.1.8.5 Pengulangan pembacaan/ pengujian

9.3.1.8.5.1 Setelah memperoleh hasil pembacaan yang memuaskan dari masing-masing campuran bahan bakar pembanding, lakukan langkah penting untuk mengulang pengujian terhadap bahan bakar pembanding I, percontoh dan bahan bakar pembanding II. Pastikan pemeriksaan dengan seksama setiap parameter dan pastikan pengujian telah mencapai keseimbangan sebelum membaca skala *handwheel*. Urutan pergantian bahan bakar dijelaskan pada Gambar 1, urutan pembacaan *handwheel* A percontoh dan bahan bakar pembanding.

9.3.1.8.5.2 Jika percontoh diuji sesudah pengujian bahan bakar pembanding II, pembacaan *handwheel* untuk bahan bakar pembanding dapat digunakan untuk percontoh yang lain. Urutan pergantian bahan bakar dijelaskan pada Gambar 2, urutan pembacaan *handwheel* B percontoh dan bahan bakar pembanding.

9.3.1.8.6 Perhitungan

9.3.1.8.6.1 Hitung rata-rata pembacaan *handwheel* percontoh dan masing-masing campuran bahan bakar pembanding, seperti terlihat pada Gambar 3.

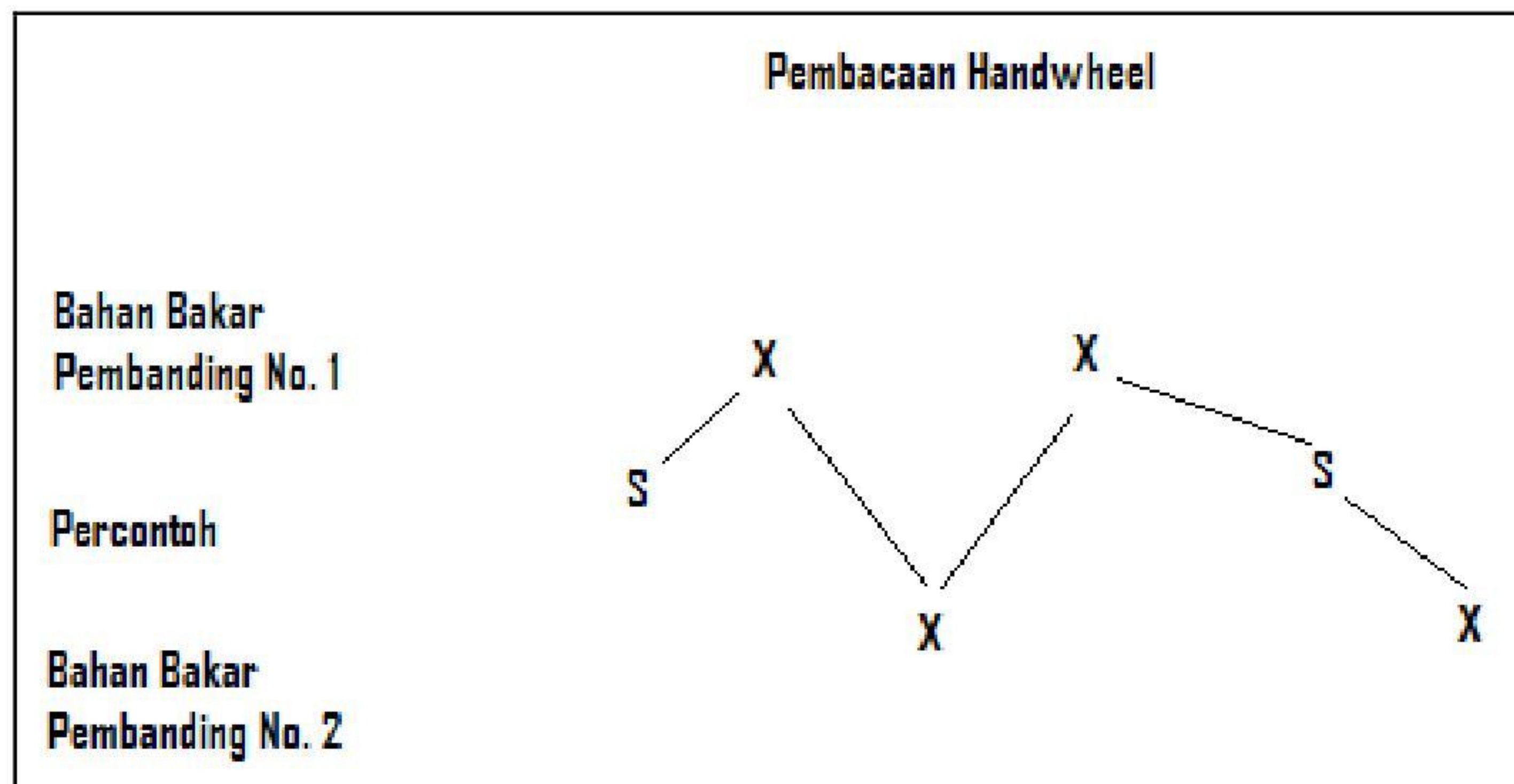
9.3.1.8.6.2 Hitung angka setana dengan menginterpolasi semua pembacaan *handwheel* sesuai dengan formula :

$$CN_S = CN_{LRF} + \left[\frac{HW_S - HW_{LRF}}{HW_{HRF} - HW_{LRF}} \right] (CN_{HRF} - CN_{LRF})$$

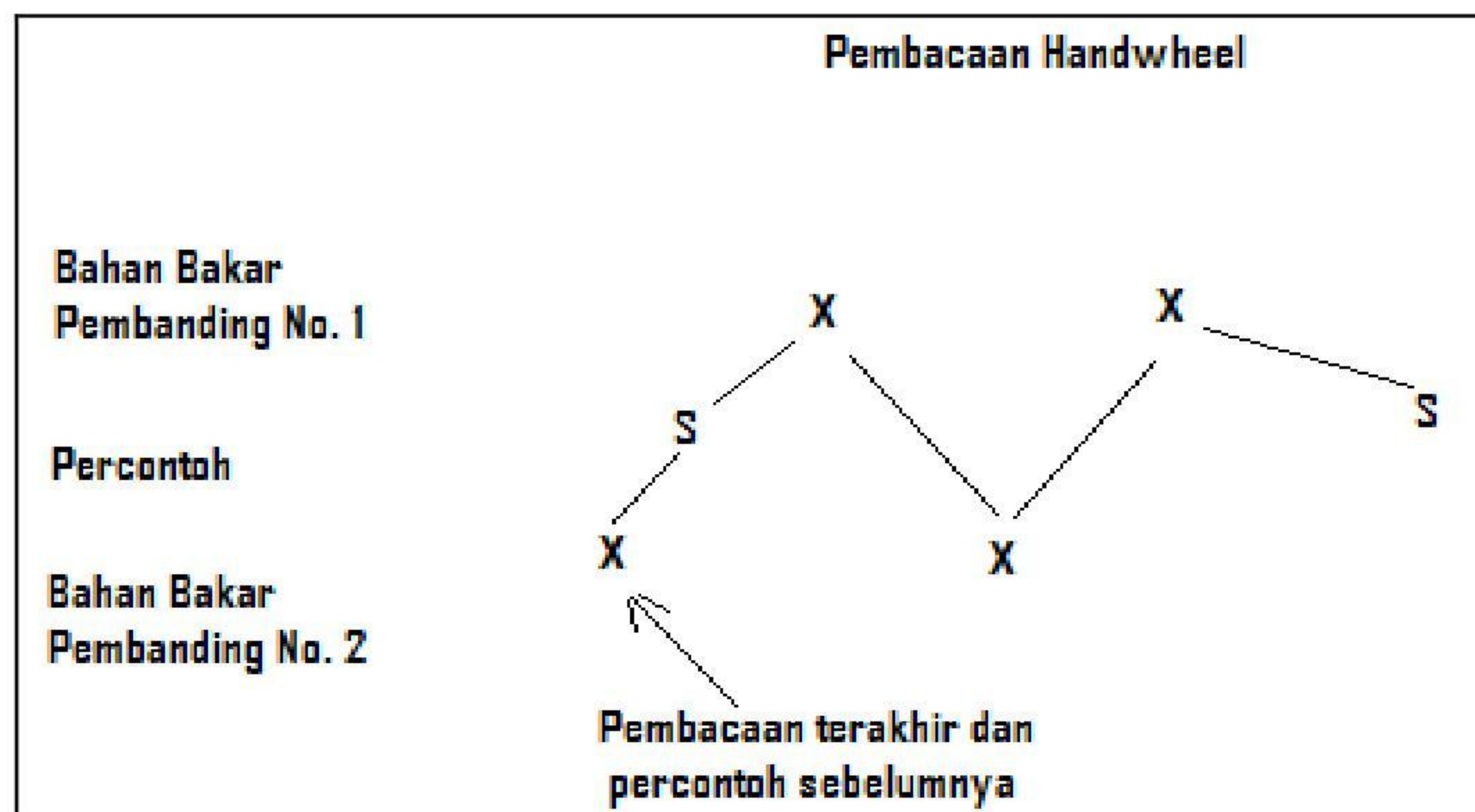
Keterangan:

CN _S	adalah angka setana percontoh;
CN _{LRF}	adalah angka setana bahan bakar pembanding berangka setanarendah;
CN _{HRF}	adalah angka setana bahan bakar pembanding berangka setana tinggi;
HW _S	adalah pembacaan <i>handwheel</i> percontoh;
HW _{LRF}	adalah pembacaan <i>handwheel</i> bahan bakar pembanding berangka setana rendah;
HW _{HRF}	adalah pembacaan <i>handwheel</i> bahan bakar pembanding berangka setana tinggi.

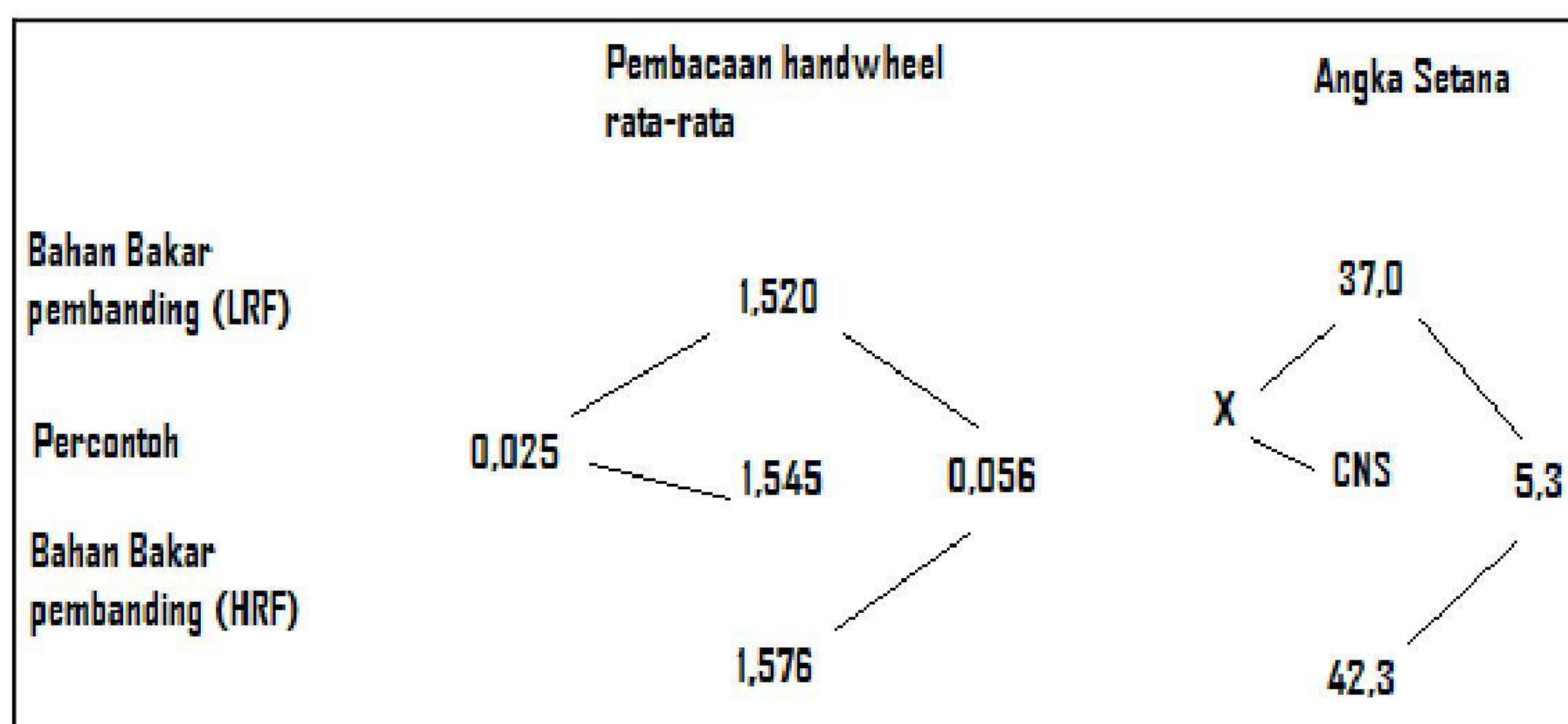
9.3.1.8.6.3 Pembulatan sampai satu desimal (satuan angka di belakang koma). Untuk angka setana yang didapat dengan angka 5 pada desimal kedua dibulatkan ke nilai atas. percontoh 35,55 dibulatkan menjadi 35,6.



Gambar 1 - Pembacaan *handwheel* A percontoh dan bahan bakar pembanding



Gambar 2 - Pembacaan *handwheel* B percontoh dan bahan bakar pembanding



Gambar 3 - Pembacaan *handwheel* rata-rata

$$CN_S = CN_{LRF} + \left[\frac{HW_S - HW_{LRF}}{HW_{HRF} - HW_{LRF}} \right] (CN_{HRF} - CN_{LRF})$$

$$CN_S = 37,0 + \left[\frac{1,545 - 1,520}{1,576 - 1,520} \right] (42,3 - 37,0)$$

$$CN_S = 37,0 (0,446) (5,3) = 39,1$$

9.3.1.8.7 Laporan hasil uji

9.3.1.8.7.1 Pelaporan

9.4.1.8.7.1^a Laporkan angka setana dari percontoh yang sudah diuji sesuai dengan ASTM D613.

9.4.1.8.7.1^b Laporan hasil uji dibuat sesuai dengan instruksi kerja penulisan laporan hasil uji.

9.3.1.8.7.2 Ketelitian / presisi

Ketelitian metode uji ini untuk percontoh adalah sebagai berikut :

Repitibilitas: Perbedaan antara dua hasil pengujian yang diperoleh dari pengujian percontoh yang sama, dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin dan dalam waktu yang berdekatan.

9.3.2 Metode penentuan angka setana biodiesel secara pembakaran

9.3.2.1 Ringkasan prosedur

Sejumlah biodiesel diinjeksikan ke dalam ruang pembakaran bervolume konstan dan temperatur yang terkontrol yang telah diisi dengan udara tekan dan dipanaskan. Setiap injeksi menghasilkan *single-shot*, siklus pembakaran. *Ignition delay* (ID) ditentukan menggunakan sensor yang mendeteksi awal injeksi bahan bakar dan awal pembakaran untuk setiap siklus. Rangkaian lengkap terdiri dari 15 siklus awal dan 32 siklus lanjut. Pengukuran ID untuk 32 siklus terakhir adalah rata-rata untuk menghasilkan nilai ID. Sebuah rumus terkait dengan nilai ID untuk angka setana, menghasilkan angka setana turunan .

9.3.2.2 Bahan-bahan

9.3.2.2.1 Bahan referensi kalibrasi atau *Certified Reference Material* (CRM).

9.3.2.2.1.1 N-Heptana, kemurnian 99,5 persen.

9.3.2.2.1.2 Metilsikloheksana, kemurnian 99 persen.

9.3.2.2.2 Standar Uji: N-Heptana, kemurnian 99,5 persen

9.3.2.2.3 Percontoh kontrol kualitas, minyak diesel fosil yang stabil dan homogen.

9.3.2.2.4 Udara tekan, mengandung 20,9 persen oksigen, kurang dari 0,003 persen hidrokarbon, kurang dari 0,025 persen air.

9.3.2.2.5 Cairan pendingin, campuran 50:50 air dan etilen glikol.

9.3.2.2.6 Anti-beku, larutan berbahan dasar etilen glikol untuk pendingin otomotif komersial.

9.3.2.2.7 Air distilasi.

9.3.2.2.8 Udara tekan untuk penggunaan *actuator*, udara tekan bebas minyak mempunyai kandungan air kurang dari 0,1 persen yang disuplai pada tekanan minimum 1,5 MPa.

9.3.2.2.9 Nitrogen tekan, minimum kemurnian 99,9 persen.

9.3.2.3 Peralatan

9.3.2.3.1 Unit *combustion analyzer* (Gambar 4), terdiri dari:

9.3.2.3.1.1 Wadah pembakaran, dengan elemen pemanas elektrik.

9.3.2.3.1.2 Pompa injeksi pneumatik.

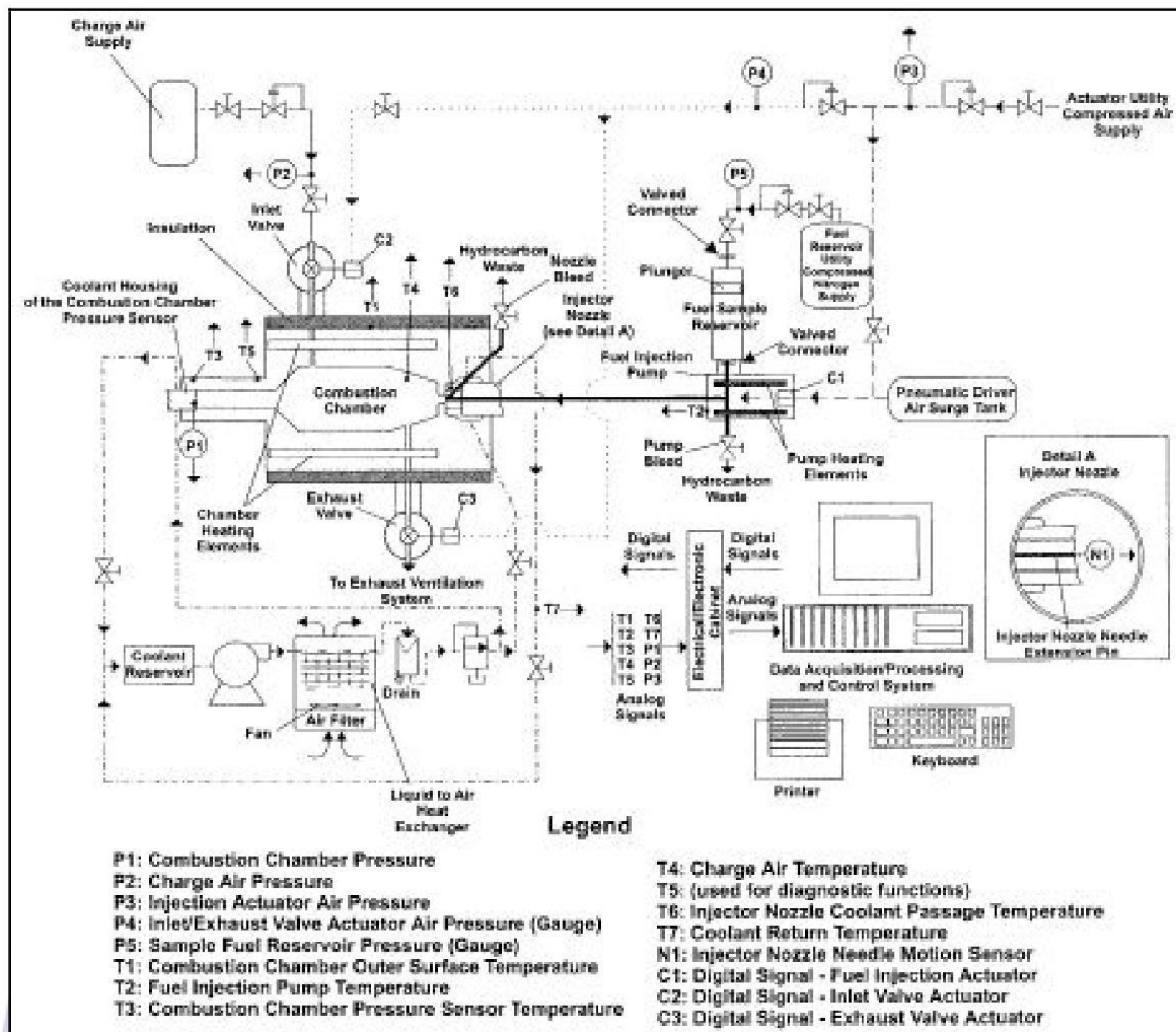
9.3.2.3.1.3 Sistem pendingin.

9.3.2.3.1.4 Termokopel temperatur, gauge tekanan dan sensor.

9.3.2.3.1.5 Kontrol dengan computer.

9.3.2.3.2 *Syringe*.

9.3.2.3.3 Regulator gas bertekanan untuk nitrogen dan udara.



Gambar 4 - Unit combustion analyzer

9.3.2.4 Preparasi percontohan

9.3.2.4.1 Temperatur percontohan sebelum dibuka kontainernya harus berkisar pada temperatur ruang yaitu 18°C sampai dengan 32°C.

9.3.2.4.2 Lakukan penyaringan percontohan dengan filter ukuran porositas 3 µm sampai dengan 5 µm.

9.3.2.4.3 Percontohan diambil dari botol atau wadah yang berwarna gelap (coklat).

9.3.2.5 Prosedur pengujian

9.3.2.5.1 Instalasi peralatan sesuai dengan persyaratan yang dibutuhkan.

9.3.2.5.2 Bilas sistem bahan bakar dengan percontohan.

9.3.2.5.3 Isi dan bersihkan system bahan bakar dengan percontohan.

9.3.2.5.4 Mulai pengukuran penyalaan lambat dengan perintah komputer yang sesuai dan amati apakah sudah sesuai kondisi operasinya.

9.3.2.5.5 Catat rata-rata penyalaan yang lambat ke pendekatan 1 000 untuk menghitung angka setana.

9.3.2.6 Pelaporan

Hitung angka setana dari rata-rata penyalan lambat, ID (ms) dengan pendekatan 0,1 menggunakan rumus :

$$\text{DCN /Angka setana} = 4,460 + 186,6/\text{ID}$$

9.3.2.7 Presisi

Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin dan dalam waktu yang berdekatan. Lihat Tabel 3.

Reprodusibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh dua orang penguji dari laboratorium yang berbeda dengan metode uji yang sama dan kondisi kerja yang konstan. Lihat Tabel 3.

Tabel 3 -Tabel repitibilitas dan reprodusibilitas untuk ID dan DCN

	ID (ms)	DCN
Repeatability (r)	$0,0465 \times (\text{ID} - 2,432)$	0,85
Reproducibility (R)	$0,0777 \times (\text{ID} - 0,7679)$	$0,0582 \times (\text{DCN} + 4)$

9.4 Metode penentuan titik nyala (mangkok tertutup)

9.4.1 Ringkasan prosedur

Sejumlah percontoh dipanaskan dengan kecepatan pemanasan tertentu sambil diaduk dalam sebuah mangkok tertutup yang tertentu pula. Pengujian penyalan mulai dilakukan pada saat percontoh mencapai temperatur tertentu dengan mendekatkan api penyal ke atas permukaan percontoh.

9.4.2 Peralatan

9.4.2.1 Alat uji Pensky Martens *closed – cup*.

9.4.2.2 Barometer.

9.4.2.3 Termometer.

9.4.2.3.1 Termometer dengan kode ASTM 9C atau 9F/IP 15C untuk titik penyalan -5°C sampai dengan 110°C atau 20°F sampai dengan 230°F.

9.4.2.3.2 Termometer dengan kode ASTM 88C atau 88F/IP 101C untuk titik penyalan antara +10°C sampai dengan 200°C atau 50°F sampai dengan 392°F.

9.4.2.3.3 Termometer dengan kode ASTM 10C atau 10F/IP 16C untuk titik nyala antara +90°C sampai dengan 370°C atau 200°F sampai dengan 700°F.

9.4.3 Prosedur pengujian

9.4.3.1 Saring percontoh dengan kertas saring, jika banyak mengandung air, bila perlu tambahkan kalsium klorida sebelumnya.

9.4.3.2 Tuangkan percontoh ke dalam mangkok yang sudah bersih dan kering, sampai tanda batas, kemudian pasang tutupnya.

9.4.3.3 Pasang mangkok uji pada alat pemanas, kemudian pasang termometer.

9.4.3.4 Nyalakan api penyal, atur diameternya kira-kira 4 mm.

9.4.3.5 Nyalakan pemanas, atur kecepatan pemanasan dengan kenaikan temperatur 5°C sampai dengan 6°C atau 9°F sampai dengan 11°F per menit.

9.4.3.6 Hidupkan pengaduk.

9.4.3.7 Hentikan pengadukan, jika temperaturpercontoh mencapai $(25 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ atau $(41 \pm 9)^{\circ}\text{F}$ di bawah titik nyala yang diduga, lakukan segera pengujian dengan mendekatkan api penyal ke atas permukaan percontoh selama satu detik.

9.4.3.8 Ulangi pengujian penyalan setiap kenaikan temperatur 1°C atau 2°F, bila titik nyala percontoh $< 110^{\circ}\text{C}$ atau $< 230^{\circ}\text{F}$. Bila titik nyala percontoh $> 110^{\circ}\text{C}$ atau $> 230^{\circ}\text{F}$ lakukan ulangan pengujian setiap kenaikan temperatur 2°C atau 5°F sampai tercapai titik nyala.

9.4.3.9 Catat temperatur titik nyala.

9.4.4 Perhitungan

Amati dan catat tekanan barometer pada saat pengujian dilakukan. Jika tekanan berbeda dari 760 mmHg (101,3 kPa), maka koreksi titik nyala sebagai berikut :

$$\text{Titik nyala terkoreksi} = C + 0,25 (101,3 - P)$$

$$\text{Titik nyala terkoreksi} = C + 0,033 (760 - H)$$

Keterangan:

C adalah titik nyala yang diamati, °C

H adalah tekanan barometer saat pengujian, mmHg

P adalah tekanan barometer saat pengujian, kPa.

9.4.5 Presisi

Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin, dan dalam waktu yang dekat.

$$\begin{aligned} \text{Repitibilitas} &= 2^{\circ}\text{C}, \text{ untuk titik nyala } < 104^{\circ}\text{C} \\ &= 5,5^{\circ}\text{C}, \text{ untuk titik nyala } > 104^{\circ}\text{C} \end{aligned}$$

Reprodusibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh dua orang penguji dari laboratorium yang berbeda dengan metode uji yang sama dan kondisi kerja yang konstan.

$$\begin{aligned} \text{Reprodusibilitas} &= 3,5^{\circ}\text{C}, \text{ untuk titik nyala } < 104^{\circ}\text{C} \\ &= 8,5^{\circ}\text{C}, \text{ untuk titik nyala } > 104^{\circ}\text{C} \end{aligned}$$

Pelaporan

Laporkan titik nyala yang dicatat sebagai titik nyala P.M.C.C. dari percontoh yang diuji dengan pembulatan 0,5°C.

9.5 Metode penentuan titik kabut

9.5.1 Ringkasan prosedur

Percontoh didinginkan perlahan-lahan dengan kecepatan tertentu dan diamati secara periodik. Temperatur pada saat pengkabutan pertama terjadi diamati pada dasar tabung uji dicatat sebagai titik kabut percontoh.

9.5.2 Peralatan

9.5.2.1 Tabung uji, gelas silinder dengan dasar rata, diameter luar 33,2 mm sampai dengan 34,8 mm dan tinggi 115 sampai dengan 125 mm. Untuk menunjukkan tinggi percontoh, tabung uji ditandai dengan garis (54 ± 3) mm dari dasar (sama dengan *pour point*).

9.5.2.2 Termometer, mempunyai kisaran temperatur tertentu, sesuai dengan spesifikasi sebagai berikut :

Termometer	Kisaran temperatur °C	No. Termometer	
		ASTM	IP
Titik kabut tinggi	- 38 sampai +50	5C	1C
Titik kabut rendah	- 80 sampai +20	6C	2C

9.5.2.3 Gabus, untuk menutup tabung uji, diberi lubang untuk tempat termometer.

9.5.2.4 Jaket, silinder metal atau gelas dengan dasar rata, diameter 44,2 mm sampai 45,8 mm dan tinggi 115 mm. Jaket harus terpasang pada posisi tegak lurus dalam bak pendingin.

9.5.2.5 Cakram, gabus dengan ketebalan 6 mm, sebagai alas pada dasar jaket.

9.5.2.6 Gasket, terpasang tepat pada bagian luar tabung uji dan agak longgar dalam jaket, terbuat dari karet untuk menjaga tabung uji tidak langsung mengenai jaket.

9.5.2.7 Bak pendingin, yang dijaga pada temperatur tertentu, dilengkapi penyangga untuk memegang jaket tegak lurus. Penurunan temperatur dapat dilakukan dengan refrigerator atau dengan menggunakan campuran pendingin.

CATATAN

Temperatur penggunaan campuran pendingin yang umum:

Es dan air	: 0 °C sampai 9°C
Pecahan es dan kristal NaCl	: -12°C sampai 0°C
Pecahan es dan kristal CaCl	: -27°C sampai 0°C
Aseton atau petroleum nafta(didinginkan dan ditutup beker logam dengan campuran es-garam kemudian dengan es kering CO ₂)	: -57°C sampai 0°C

9.5.3 Bahan-bahan

9.5.3.1 Pelarut berikut adalah grade teknis yang digunakan sebagai media pendingin.

Aseton teknis, yang digunakan sebagai media pendingin.

9.5.3.2 Kalsium klorida.

9.5.3.3 Karbon dioksida padat (*dry ice*).

9.5.3.4 Etanol atau etil alkohol.

9.5.3.5 Metanol atau metil alkohol.

9.5.3.6 Petroleum nafta.

9.5.3.7 Natrium klorida kristal.

9.5.3.8 Natrium sulfat.

9.5.4 Persiapan percontoh

Panaskan percontoh paling sedikit 14°C (25°F) di atas titik kabut yang diperkirakan. Hilangkan uap air yang terdapat dengan penyaringan melalui kertas saring sampai percontoh menjadi jernih, pada temperatur sedikitnya 14°C di atas titik kabut perkiraan.

9.5.5 Prosedur pengujian

9.5.5.1 Tuangkan percontoh ke dalam tabung uji hingga batas.

9.5.5.2 Tutup tabung uji dengan gabus yang telah terpasang termometernya dengan kuat. Pakailah termometer Titik Kabut Tinggi (lihat butir 9.5.2.2) untuk titik kabut yang diperkirakan di atas -36°C dan gunakan termometer titik kabut rendah bila titik kabut diperkirakan di bawah -36°C. Atur posisi termometer pada gabus agar kuat dan bola termometer sampai dekat dasar tabung uji.

9.5.5.3 Perhatikan bahwa cakram, gasket dan bagian dalam jaket harus bersih dan kering. Letakkan cakram pada dasar jaket. Cakram dan jaket ditempatkan pada media pendingin minimum 10 menit sebelum tabung uji dimasukkan. Pasang gasket pada tabung uji, 25 mm dari dasar tabung uji. Masukkan tabung uji ke dalam jaket, jangan letakkan tabung uji langsung ke dalam media pendingin.

9.5.5.4 Jaga temperatur bak pendingin agar terjaga pada temperatur $(0 \pm 1,5)^{\circ}\text{C}$.

9.5.5.5 Baca (amati) temperatur setiap 1°C, angkat tabung uji dengan cepat tanpa mengganggu percontoh. Amati terjadinya kabut pada percontoh (di bagian bawah) dan segera kembalikan ke dalam jaket (lamanya pengamatan tidak lebih dari 3 detik). Bila percontoh tidak memperlihatkan kabut ketika didinginkan sampai 9°C, pindahkan tabung uji pada bak pendingin kedua yang dijaga pada temperatur $(-18 \pm 1,5)^{\circ}\text{C}$ (lihat Tabel 4). Jika percontoh belum juga memperlihatkan pengkabutan pada temperatur -6°C, pindahkan tabung uji ke bak pendingin ketiga yang temperaturnya dijaga $(-33 \pm 1,5)^{\circ}\text{C}$. Untuk penentuan titik kabut yang sangat rendah diperlukan bak pendingin tambahan dengan kisaran temperatur yang sesuai dengan Tabel 4.

Tabel 4 - Rentang temperatur bak dan percontoh

Bak	Temperatur bak (°C)	Kisaran temperatur bak (°C)
1	$0 \pm 1,5$	sampai 9
2	$-18 \pm 1,5$	9 sampai -6
3	$-33 \pm 1,5$	-6 sampai -24
4	$-51 \pm 1,5$	-24 sampai -42
5	$-69 \pm 1,5$	-42 sampai -60

Pada setiap kasus, transfer tabung uji ke bak berikutnya dilakukan, jika percontoh belum menunjukkan pengkabutan dan temperatur percontoh telah mencapai temperatur percontoh terendah pada kisaran bak yang digunakan.

9.5.5.6 Catat titik kabut dengan pembulatan skala 1°C bila percontoh mulai memperlihatkan kabut pada dasar tabung uji temperatur ini adalah sebagai titik kabut.

9.5.6 Pelaporan

Laporkan temperatur yang dicatat pada waktu pengamatan pada butir 9.5.5.6.

9.5.7 Presisi

9.5.7.1 Repitibilitas, yaitu perbedaan antara hasil uji yang diperoleh operator yang sama dengan alat yang sama, pada kondisi dan percontoh adalah 2°C .

9.5.7.2 Reprodusibilitas, yaitu perbedaan antara dua hasil yang diperoleh operator yang berbeda dari laboratorium yang berbeda pula, adalah 3°C .

9.6 Metode penentuan korosi lempeng tembaga

9.6.1 Ringkasan prosedur

Suatu lempeng tembaga yang telah digosok, direndam dalam sejumlah percontoh dan dipanaskan pada temperatur dan waktu tertentu. Pada akhir pengujian, lempeng tembaga dikeluarkan dari percontoh yang diuji, dikeringkan dan dibandingkan warnanya dengan standar pengkaratan lempeng tembaga.

9.6.2 Peralatan

9.6.2.1 Tabung uji, 25 x 150 mm.

9.6.2.2 Penangas tabung uji yang mampu konstan pada temperatur $(50 \pm 1)^{\circ}\text{C}$. Dilengkapi dengan pemegang tabung uji dalam posisi tegak lurus dan dicelupkan sampai kedalaman sekitar 100 mm (4 inci).

9.6.2.3 *Bomb* uji pengkaratan lempeng tembaga, terbuat dari baja tahan karat dengan ukuran sesuai persyaratan ASTM D 130.

9.6.2.4 Panangas *bomb* uji, yang mampu menahan temperatur konstan pada $(50 \pm 1)^{\circ}\text{C}$. Dilengkapi dengan pemegang *bomb* dalam posisi tegak lurus. Penangas harus cukup dalam, sehingga *bomb* uji dapat terendam keseluruhannya.

9.6.2.5 Termometer, dicelupkan keseluruhannya skala terkecil 1°C alur air raksa tidak boleh berada di atas permukaan media penangas lebih dari 25 mm (1 inci). Termometer dengan kode ASTM 12 C (12F) atau IP 64 (64 F) cocok untuk digunakan.

9.6.2.6 Alat bantu penggosok, untuk memegang lempeng tembaga dengan kuat tanpa merusak pinggiran lempeng tersebut sewaktu digosok.

9.6.2.7 Standar pengkaratan lempeng tembaga ASTM.

9.6.2.8 Pinset.

9.6.3 Bahan-bahan

9.6.3.1 Pelarut pencuci, pelarut hidrokarbon yang mudah menguap, dengan syarat tidak mengandung belerang dan tidak menimbulkan pengkaratan, jika diuji pada temperatur 50°C (122°F). Iso-oktan dengan mutu uji ketuk cocok untuk digunakan.

9.6.3.2 Bahan penggosok, kertas gosok silikon karbida dengan berbagai tingkat kehalusan, mencakup kertas gosok 65 µm (240 grit), silikon karbida 105 µm (150 mesh).

9.6.3.3 Lempeng tembaga, berukuran 12,5 x 1,5 - 3,0 x 75 mm.

9.6.4 Prosedur pengujian

9.6.4.1 Saring percontoh dengan kertas saring untuk mengeringkan air yang tersuspensi dan tampung percontoh ke dalam tabung uji yang kering dan bersih.

9.6.4.2 Bersihkan lempeng tembaga dengan menggosok mempergunakan bahan penggosok seperti karborandum atau kertas gosok silikon karbida. Gosokan dilakukan searah, agar memudahkan evaluasi hasil warna yang terjadi pada lempeng tembaga. Hindarkan terjadi kontak dengan tangan atau percikan air.

9.6.4.3 Rendamkan lempeng tembaga ke dalam pelarut pencuci (atau iso-oktan) dengan pinset goyangkan sesaat, kemudian angkat dan keringkan dengan cara menyentuhnya dengan kertas pengering.

9.6.4.4 Masukkan lempeng tembaga ke dalam tabung uji yang telah berisi percontoh sekitar 30 ml. Kemudian tutup dengan gabus.

9.6.4.5 Masukkan tabung uji ke dalam *bomb* uji, tutup dan kencangkan tutupnya. Rendam hingga tenggelam *bomb* uji ke dalam bak penangas pada temperatur $(50 \pm 1)^\circ\text{C}$, selama 3 jam \pm 5 menit angkat *bomb* uji dari bak penangas setelah perendaman, dinginkan *bomb* beberapa menit dengan air keran yang mengalir. Buka *bomb* dan keluarkan lempeng tembaga dari tabung uji dengan pinset, rendam beberapa saat dalam pelarut pencuci. Angkat lempeng tembaga, dengan menyentuhnya dengan kertas pengering. Periksa hasil warna yang terjadi dengan membandingkan terhadap standar pengkaratan lempeng tembaga ASTM D130 pada tabel 5.

Tabel 5 - Klasifikasi lempeng tembaga

Klasifikasi	Petunjuk	Deskripsi ^A
<i>Freshly polished strip</i>		^B
1	<i>Slight tarnish</i>	a. Sedikit jingga, hampir sama dengan lempeng yang baru dipelitur b. Jingga tua

Tabel 6 - Klasifikasi lempeng tembaga (lanjutan)

Klasifikasi	Petunjuk	DeskripsiA
2	<i>Moderate tarnish</i>	a. Merah anggur b. Lembayung muda/ <i>Lavender</i> c. Banyak warna terdiri dari lavender biru atau perak, atau keduanya disalut warna merah anggur d. Keperakan e. Menyerupai kuningan atau emas
3	<i>Dark tarnish</i>	a. Magenta di lempeng yang menguning b. Banyak warna terdiri dari merah dan hijau (seperti merak) tanpa warna abu-abu
4	Korosi	a. Hitam transparan, abu-tua atau coklat, dengan warna nyaris hijau b. Warna grafit atau hitam kusam c. Mengkilap atau hitam legam

^A ASTM Standar korosi lempeng tembaga merupakan reproduksi warna dari karakteristik lempeng di deskripsi ini.

^B *Freshly polished strip* merupakan suatu indikasi penampakan lempengan yang dipoles dengan baik sebelum dilakukan pengujian; tidak mungkin untuk menduplikasi penampakan ini setelah dilakukan pengujian bahkan dengan sampel yang tidak korosif sama sekali.

9.6.5 Pelaporan

Laporkan tingkat pengkaratan sesuai dengan nomor pada salah satu tingkat pengklasifikasian dari Standar Pengkaratan Lempeng Tembaga ASTM D130, seperti klasifikasi berikut, dengan mencantumkan temperatur dan waktu pengujian.

Klasifikasi pengkaratan	Penunjukan	Diskripsi
Lempengan baja yang baru dipoles	--	--
1	Terdapat lapisan dengan sedikit noda	a. Warna oranye muda, hampir sama dengan baja yang baru dipoles. b. Warna oranye gelap
2	Terdapat lapisan noda sedang	a. Warna merah anggur b. Lavender c. Warna-warni dengan biru lavender atau perak atau keduanya pada lapisan merah anggur d. Keperakan e. Brassy atau emas
3	Terdapat lapisan noda gelap	a. Magenta redup pada lapisan lempengan brassy b. Warna-warni yang menunjukkan warna merah dan hijau, tetapi tidak ada warna abu-abu
4	Korosi	a. Hitam transparan, abu-abu gelap atau kecoklatan b. Grafit atau hitam kusam c. Glossy atau hitam legam

9.7 Metode penentuan residu karbon

9.7.1 Metode penentuan residu karbon secara mikro

9.7.1.1 Rangkuman prosedur

Sejumlah percontoh yang ditimbang dimasukkan ke dalam suatu gelas vial dan dipanaskan sampai temperatur 500°C dalam suasana *inert* (nitrogen) yang terpantau untuk jangka waktu tertentu. Percontoh tersebut mengalami reaksi pembentukan karbon, dan uap yang terbentuk dibawa oleh nitrogen. Residu jenis - yang mengandung karbon yang tertinggal dilaporkan sebagai suatu persen percontoh asal sebagai "residu karbon (mikro)".

Jika hasil uji yang diharapkan adalah di bawah 0,10% (m/m), percontoh dapat didistilasi untuk menghasilkan 10% (v/v) sisa, sebelum melakukan uji.

9.7.1.2 Peralatan

9.7.1.2.1 Gelas vial percontoh kapasitas 2 ml, berdiameter luar 12 mm dengan tinggi sekitar 35 mm.

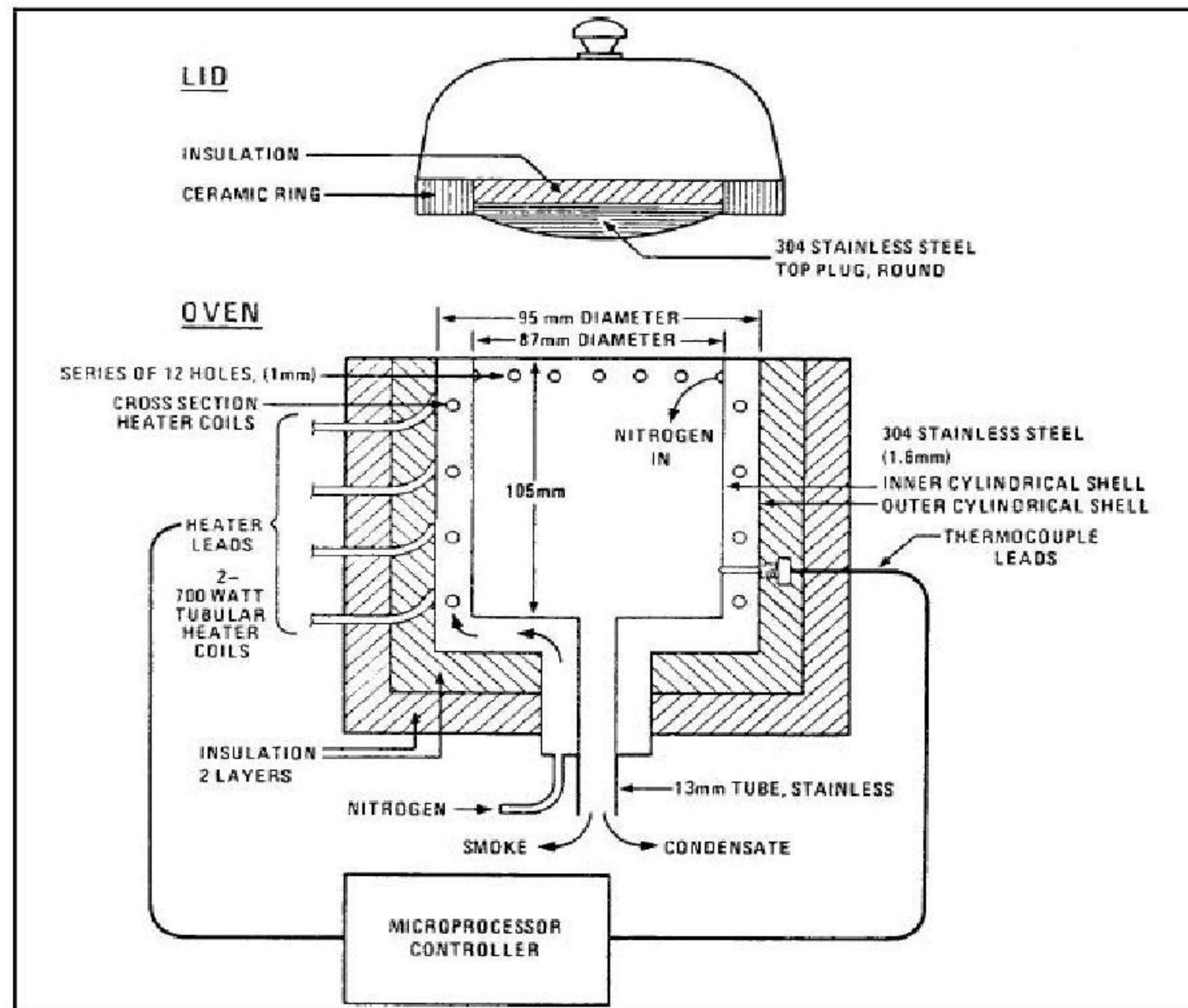
9.7.1.2.2 Gelas Vial percontoh lebih besar 4-*dram*, kapasitas 15 ml (diameter luar 20,5 -21 mm, tinggi (70 ± 1) mm), dapat dipakai untuk percontoh yang diharapkan menghasilkan residu < 0,10% (m/m), sehingga perbedaan masa yang lebih tepat dapat ditentukan.

Harus dicatat bahwa pernyataan-pernyataan ketepatan untuk metode uji tersebut ditentukan hanya jika menggunakan vial-vial berkapasitas 2 ml (dengan residu percontoh antara 0,3 dan 26% (m/m) dan ketepatan untuk pemakaian vial-vial percontoh yang lebih besar tidak ditentukan.

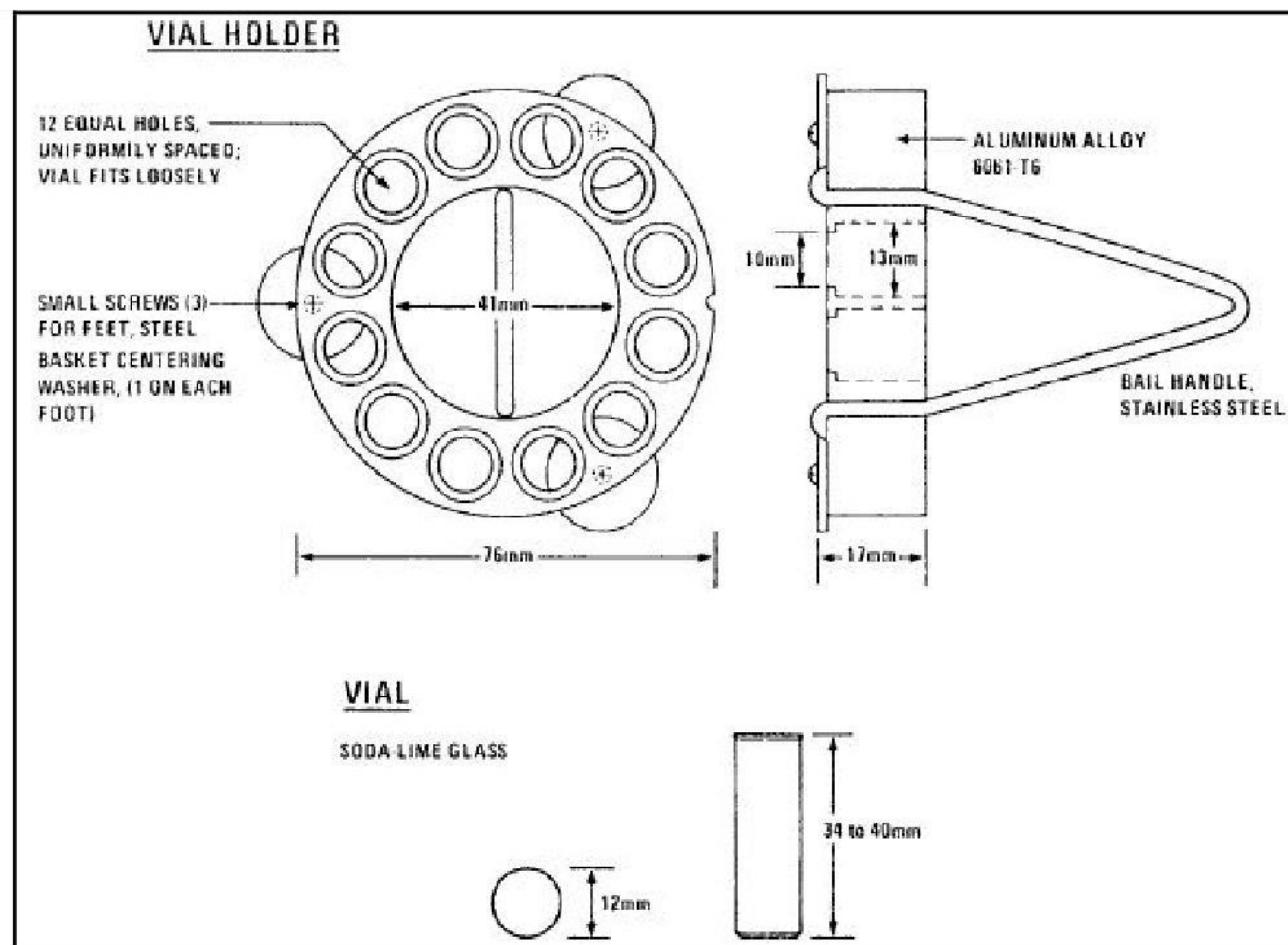
9.7.1.2.3 Pipet tetes, siring, atau batang pengaduk kecil, untuk memindahkan percontoh.

9.7.1.2.4 Oven pemanas, dengan ruang pemanas melingkar berdiameter sekitar 85 mm (3 3/8 inci), kedalaman 100 mm (4 inci), dengan pengisian dari atas, mempunyai kemampuan pemanasan sampai 500°C, kecepatan 10-40°/menit, dengan tempat pembuangan berdiameter-dalam sebesar 13 mm (1/2 inci) untuk mengalirkan nitrogen dari ruang pemanas (aliran masuk dekat bagian atas, pembuangan pada bagian tengah dasar) dengan sensor termokopel yang terletak dalam ruang pemanas disamping, namun tidak menyentuh vial-vial percontoh, dengan penutup yang mampu menutup udara keluar, dan dengan trap (perangkap) kondensat yang dapat dipindahkan, terletak pada bagian dasar ruang pemanas. Diagram skema oven pemanas terlihat pada Gambar 5.

9.7.1.2.5 Tempat/*holder* vial percontoh, yaitu blok aluminium berbentuk silinder, berdiameter sekitar 76 mm (3 inci) dengan ketebalan sekitar 16 mm (5/8 inci) dengan 12 lubang yang sama (untuk vial) yang masing-masing berdiameter 13 mm (1/2 inci), dengan kedalaman 13 mm (1/2 inci). Lubang-lubang tersebut disusun dengan suatu pola melingkar berjarak sekitar 3 mm (1/8 inci) dari lingkaran. Pemegang tempat percontoh mempunyai panjang kaki 6 mm (1/4 inci), mengarah ke bagian tengah dalam ruang pemanas, dan suatu tanda indeks pada sisi silinder, dipakai sebagai referensi posisi percontoh vial dan pemegang (*holder*) percontoh vial, dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 5 - Oven pemanas dan penutup



Gambar 6 - Vial dan pemegang percontoh vial

9.7.1.2.6 Tempat/*holder* vial percontoh standar yang dimodifikasi (lihat Gambar 5) diperlukan jika dipakai vial-vial percontoh yang lebih besar seperti disebut dalam butir 9.7.1.2.2. Holder vial percontoh yang dimodifikasi tersebut sama dengan aslinya, kecuali terdapat enam lubang vial yang seragam, masing-masing berdiameter $(21,2 \pm 0,1)$ mm dengan kedalaman 16 mm, yang tersusun dalam suatu pola melingkar.

9.7.1.2.7 Termokopel, untuk pemantau kisaran temperatur, °C.

9.7.1.2.8 Timbangan analitik, dengan kapasitas penimbangan sampai 20 gr, bersensitivitas minimum $\pm 0,1$ mg.

9.7.1.2.9 Gas nitrogen, dengan kemurnian minimum 99,998%, dilengkapi dengan alat yang dapat mengalirkan tekanan 0 kPa sampai 200 kPa (0 psi sampai 30 psi). Tabung nitrogen yang cocok dipakai adalah jenis tabung Grade Nol.

9.7.1.3 Persiapan dan proses percontoh

9.7.1.3.1 Persiapan percontoh

9.7.1.3.1.1 Tentukan berat setiap vial percontoh bersih yang dipakai dalam analisa percontoh, dan catat beratnya dengan ketelitian 0,1 mg.

9.7.1.3.1.2 Selama penimbangan dan pengisian, bersihkan vial untuk membantu mengurangi kesalahan penimbangan.

9.7.1.3.1.3 Kocok percontoh yang diuji, jika perlu dipanaskan terlebih dahulu untuk mengurangi sifat lengketnya, kemudian dimasukkan ke dalam vial. Percontoh yang merupakan cairan homogen dapat langsung dimasukkan ke gelas vial dengan *small-rod*, siring, atau pipet tetes. Material padat dapat juga dipanaskan, atau dibekukan dengan nitrogen cair, kemudian dipecah menjadi kepingan.

9.7.1.3.1.4 Masukkan percontoh (dengan tahap pemanasan, terlihat pada Tabel 6) ke dalam vial percontoh-terukur, timbang kembali dengan ketelitian 0,1 mg, dan catat. Masukkan vial yang telah terisi percontoh ke dalam *vial holder* (sampai 12 buah), catat posisi setiap percontoh sesuai dengan tanda yang tertera di *vial holder*.

9.7.1.3.2 Proses pengujian percontoh

9.7.1.3.2.1 Hubungkan alat dengan regulator gas nitrogen dan buka keran gas N₂. Atur aliran gas dengan tekanan 20 psi.

9.7.1.3.2.2 Masukkan percontoh yang sudah ditimbang didalam vial ke dalam pemegang tempat vial (*holder*), dan tutup.

9.7.1.3.2.3 Hubungkan alat dengan sumber listrik.

9.7.1.3.2.4 Buka keran gas N₂ pada arah panah ke atas dan tekan power ON (lampu penunjukan nitrogen akan menyala).

9.7.1.3.2.5 Tekan tombol "*0 Hold Run*" sebanyak 2 kali.

9.7.1.3.2.6 Alat akan berjalan secara otomatis sampai pembakaran percontoh selesai sesuai dengan program pemanasan berikut:

Tabel 7 -Tahapan program pemanasan

Tahap	Pengaturan titik temperatur, °C	Waktu, menit.
1	0	0
2	100	10
3	500	30
4	500	15
5	0	0
6	0	40
7	selesai	off

9.7.1.3.2.7 Pada saat temperatur oven mencapai 500°C dan tertahan selama 15 menit, *display* bawah akan menunjukkan angka 24.

9.7.1.3.2.8 Pada saat itu, *display* bagian atas akan menunjukkan penurunan temperatur.

9.7.1.3.2.9 Temperatur oven akan turun secara otomatis. Setelah temperatur oven mencapai 283°C, *display* bawah akan berubah menjadi OFF.

9.7.1.3.2.10 Apabila temperatur oven sudah mencapai 190°C, buka tutup oven, keluarkan *vial holder* dan pindahkan ke dalam desikator kemudian tutup aliran nitrogen.

9.7.1.3.2.11 Vial akan dikeluarkan dari desikator untuk ditimbang apabila sudah mencapai temperatur ruangan, yakni setelah jangka waktu sekitar 1,5 jam sejak dikeluarkan.

9.7.1.3.2.12 Timbang masing-masing gelas vial untuk mendapatkan berat residu.

9.7.1.3.2.13 *Display* yang terlihat pada bagian atas alat adalah temperatur pemanas dan pada bagian bawah adalah pengaturan titik temperatur.

9.7.1.3.2.14 Apabila melakukan analisa terhadap percontoh berikutnya, temperatur alat harus < 90°C, dan ulangi prosedur mulai dari No. 9.7.1.3.2. 2.

9.7.1.3.3 Cara kerja untuk residu karbon pada residu distilasi 10% (v/v).

Hasil residu distilasi 10% (v/v) yang cukup kental pada temperatur ambien, perlu untuk dipanaskan memanaskan residu distilasi tersebut pada temperatur yang sesuai sehingga dapat dipindahkan ke dalam vial yang telah ditimbang sebelumnya untuk analisis (Lihat Tabel 1). Setelah membiarkan percontoh dalam vial tersebut dingin pada temperatur ambien, hitung berat spesimen uji dengan ketelitian 0,1 mg dan lakukan uji residu karbon sesuai dengan yang diuraikan dalam butir 9.7.1.3.2.

9.7.1.3.4 Perhitungan

Hitung % berat residu karbon dalam percontoh sebenarnya, atau dalam 10% sisa distilasi sebagai berikut:

$$\text{Residu karbon, \%} = \frac{(A \times 100)}{W}$$

Keterangan:

A adalah berat residu karbon, g
W adalah berat percontoh, g

9.7.1.3.5 Pelaporan

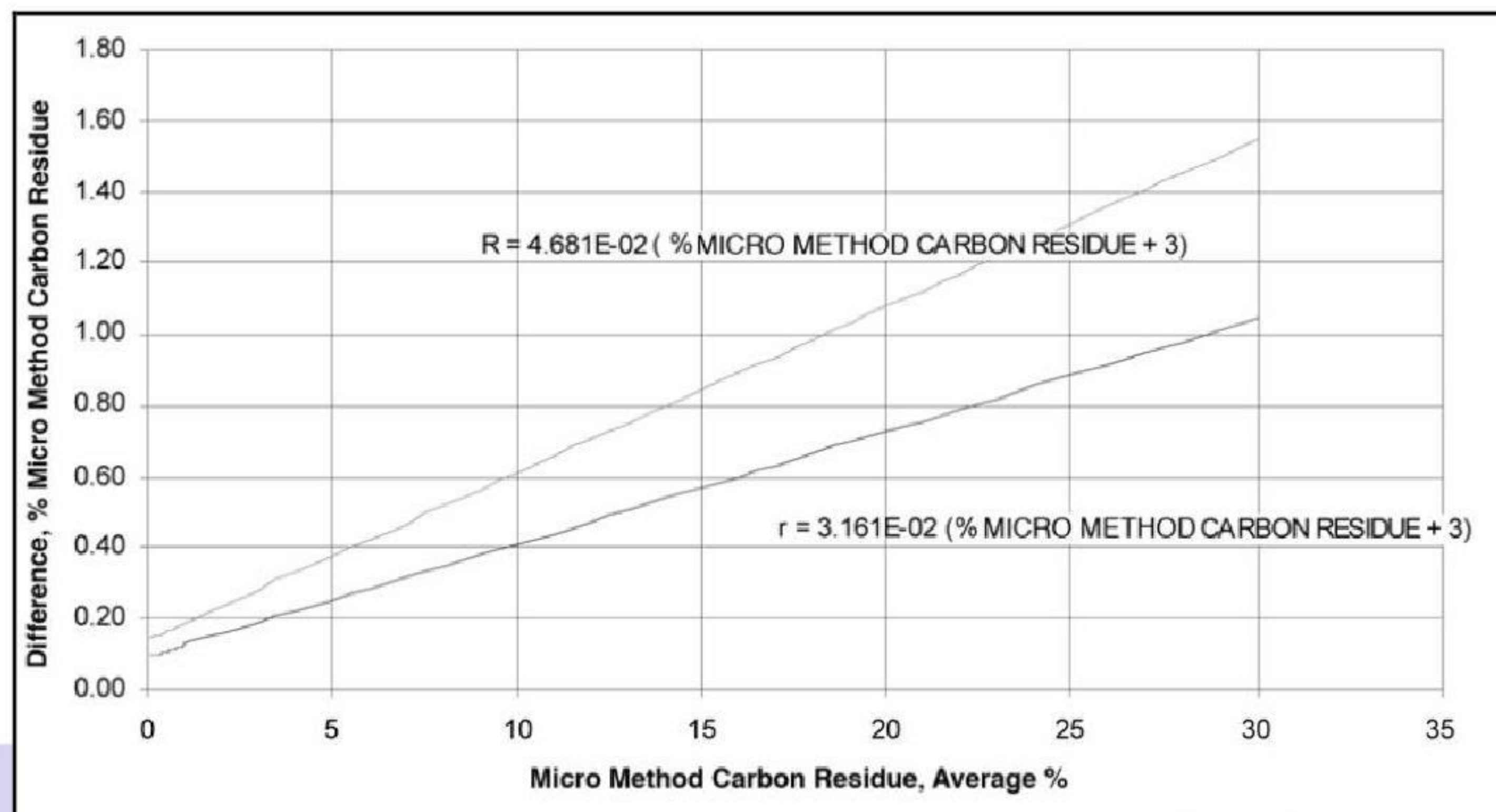
Untuk nilai residu destilasi sampai dengan 10%, dilaporkan sebagai persen residu karbon Metode Mikro dengan ketelitian 0,01% (massa/massa). Untuk nilai residu destilasi di atas 10%, dilaporkan sebagai persen residu karbon Metode Mikro dengan ketelitian 0,1% (massa/massa).

9.7.1.3.6 Presisi

Presisi adalah ukuran ketelitian hasil uji yang dilakukan berulang. Dua bentuk presisi seperti berikut:

9.7.1.3.6.1 Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji yang diperoleh dengan pengujian yang sama dengan peralatan yang sama, pada kondisi operasi yang konstan dan bahan uji yang sama. (lihat Gambar 7)

9.7.1.3.6.2 Reprodusibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji, dari percontoh yang sama yang dikerjakan oleh pengujian dari laboratorium yang berbeda dan kondisi operasi metode uji yang tepat. (lihat Gambar 7)



Gambar 7 - Grafik repitibilitas dan reprodusibilitas

9.7.2 Metode penentuan residu karbon secara *Conradson*

9.7.2.1 Ringkasan prosedur

Sejumlah percontoh ditimbang dalam cawan dan dilakukan distilasi perusakan. Residu terjadi dalam reaksi perengkakan dan pengarangan selama pemanasan periode tertentu. Pada akhir periode pemanasan yang ditentukan, cawan yang berisi residu karbon didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Residu yang tersisa diperhitungkan sebagai persentase percontoh asli dan dilaporkan sebagai residu karbon *Conradson*.

9.7.2.2 Peralatan

9.7.2.2.1 Cawan porselin, bentuk lebar, diglasir, atau cawan silika, kapasitas 29 sampai 31 ml, diameter pinggang dalam 46 sampai 49 mm.

9.7.2.2.2 Cawan besi *Skidmore*, bertutup rapat dan melingkar, kapasitas 65 sampai 82 ml, diameter dalam 53 sampai 57 mm dan diameter luar tutup 60 sampai 67 mm, tinggi 37 sampai 39 mm, dengan tutup berlubang horizontal sekitar 6,5 mm. Dasar cawan datar dengan diameter luar 30 sampai 32 mm.

9.7.2.2.3 Cawan besi berpelindung penutup, diameter luar mulut cawan 78 sampai 82 mm tinggi 58 sampai 60 mm, tebal 0,8 mm. Dasar cawan diisi dengan pasir kering kira-kira 25 ml, cukup untuk menopang cawan *Skidmore* yang bertutup.

9.7.2.2.4 Kawat penahan, batang kawat nikrom berbentuk segi tiga yang membentuk lubang kecil cukup untuk menahan bagian bawah cawan besi pelindung, sehingga sejajar dengan dasar blok asbes.

9.7.2.2.5 Selubung, selubung besi pelindung, bentuk lingkaran diameter 120 sampai 130 mm tinggi 50 sampai 53 mm, bagian atas dilengkapi cerobong setinggi 50 sampai 60 mm, dengan diameter 50 sampai 56 mm, sambungan dengan cerobong berbentuk kerucut, sehingga tinggi total selubung tersebut 125 sampai 130 mm. Sebagai penunjuk ketinggian lidah nyala api, pada ujung cerobong dipasang kawat besi atau nikrom 3 mm, setinggi 50 mm.

9.7.2.2.6 Isolator, blok asbes, berupa cincin tahan api, diameter luar 150 mm sampai 175 mm (bagian luar dapat bentuk persegi), lubang bagian dalam bentuk kerucut dengan diameter dasar 83 mm dan diameter atas 89 mm.

9.7.2.2.7 *Burner*, tipe Meker, yang mempunyai lubang orifis, berdiameter 24 mm.

9.7.2.2.8 Timbangan analitis.

9.7.2.2.9 Desikator.

9.7.2.2.10 Tang penjepit.

9.7.2.3 Cara kerja

9.7.2.3.1 Cara kerja A, Cara kerja penguapan langsung < 5% berat.

9.7.2.3.1.1 Kocok percontoh hingga merata, jika perlu panaskan sampai temperatur $(50 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ selama setengah jam agar lebih encer.

9.7.2.3.1.2 Timbang 10 gr percontoh dengan pembulatan pada 5 mg dalam cawan porselin berisi dua butir kaca berdiameter kurang lebih 22,5 mm yang telah tertimbang dengan berat tertentu.

9.7.2.3.1.3 Tempatkan cawan ditengah-tengah cawan *Skidmore*. Ratakan pasir dalam cawan besi pelindung dan atur letak cawan *Skidmore* ditengah cawan besi.

9.7.2.3.1.4 Pasang kawat segi tiga Nikrom dan juga isolator di atas lingkaran dudukan. Letakkan cawan besi pelindung di tengah isolator dan dasarnya berada di atas kawat segi tiga, kurung seluruhnya dengan selubung besi pelindung agar panas merata selama proses.

9.7.2.3.1.5 Tempatkan *burner* tipe *Meker* tepat di bawah bagian tengah kawat segi tiga nikrom dan nyalakan dengan panas tinggi, sampai periode penyalaan awal sekitar $(10 \pm 1,5)$ menit.

9.7.2.3.1.6 Tarik *burner* ke samping, jika asap telah tampak di atas cerobong, biarkan terjadi penyalaan uap (terbakar sendiri). Tingkatkan pemanasan bila perlu, jika di atas cerobong tidak menampakkan nyala api. Periode pembakaran uap sekitar (13 ± 1) menit.

9.7.2.3.1.7 Tempatkan *burner* kembali, bila uap berhenti membakar dan tidak tampak asap biru, lakukan pemanasan seperti semula sampai dasar bagian bawah cawan besi pelindung merah membara, keadaan ini dipertahankan selama 7 menit. Waktu pemanasan pengujian secara keseluruhan mencapai (30 ± 2) menit. Pembakaran menggunakan gas kota (elpiji), ujung burner 50 mm di bawah dasar cawan.

9.7.2.3.1.8 Padamkan *burner* dan biarkan peralatan uji mendingin, buka tutup cawan *Skidmore* (sekitar 15 menit), pindahkan cawan porselin dengan tang penjepit ke dalam desikator, dinginkan dan timbang.

9.7.2.3.2 Cara kerja B, Cara kerja untuk distilat 10%

9.7.2.3.2.1 Tuangkan 200 ml percontoh (temperatur 13°C sampai 18°C) dari gelas ukur ke dalam labu distilasi (kapasitas 250 ml). Pertahankan temperatur bak kondensor pada 0°C sampai 4°C (untuk percontoh tertentu temperatur 38°C sampai 60°C untuk menghindari pembekuan lilin pada tabung kondensor). Gunakan gelas ukur di atas (tanpa dicuci) sebagai penampung, tempatkan di bawah ujung kondensor tanpa menyentuh dinding penampung.

9.7.2.3.2.2 Panaskan labu distilasi dengan laju pemanasan teratur, sampai terjadi tetesan pertama dari kondensor, dalam waktu 10 sampai dengan 15 menit sejak awal pemanasan. Atur pemanasan, sehingga laju distilat tertampung pada gelas penampung teratur 8 ml sampai 10 ml per menit.

9.7.2.3.2.3 Lanjutkan distilasi sampai terkumpul distilat sekitar 178 ml, hentikan pemanasan dan tuntaskan distilat dari kondensor sampai tertampung sekitar 180 ml.

9.7.2.3.2.4 Tuangkan (10 ± 0,5) g sisa distilasi yang masih panas ke dalam cawan yang sudah tertimbang, selanjutnya lakukan pengujian residu karbon sesuai cara kerja A.

9.7.2.4 Perhitungan

$$\text{Residu karbon} = \left(\frac{A \times 100}{W} \right)$$

Keterangan:

A adalah berat residu karbon, gram
W adalah berat percontoh, gram.

9.7.2.5 Presisi

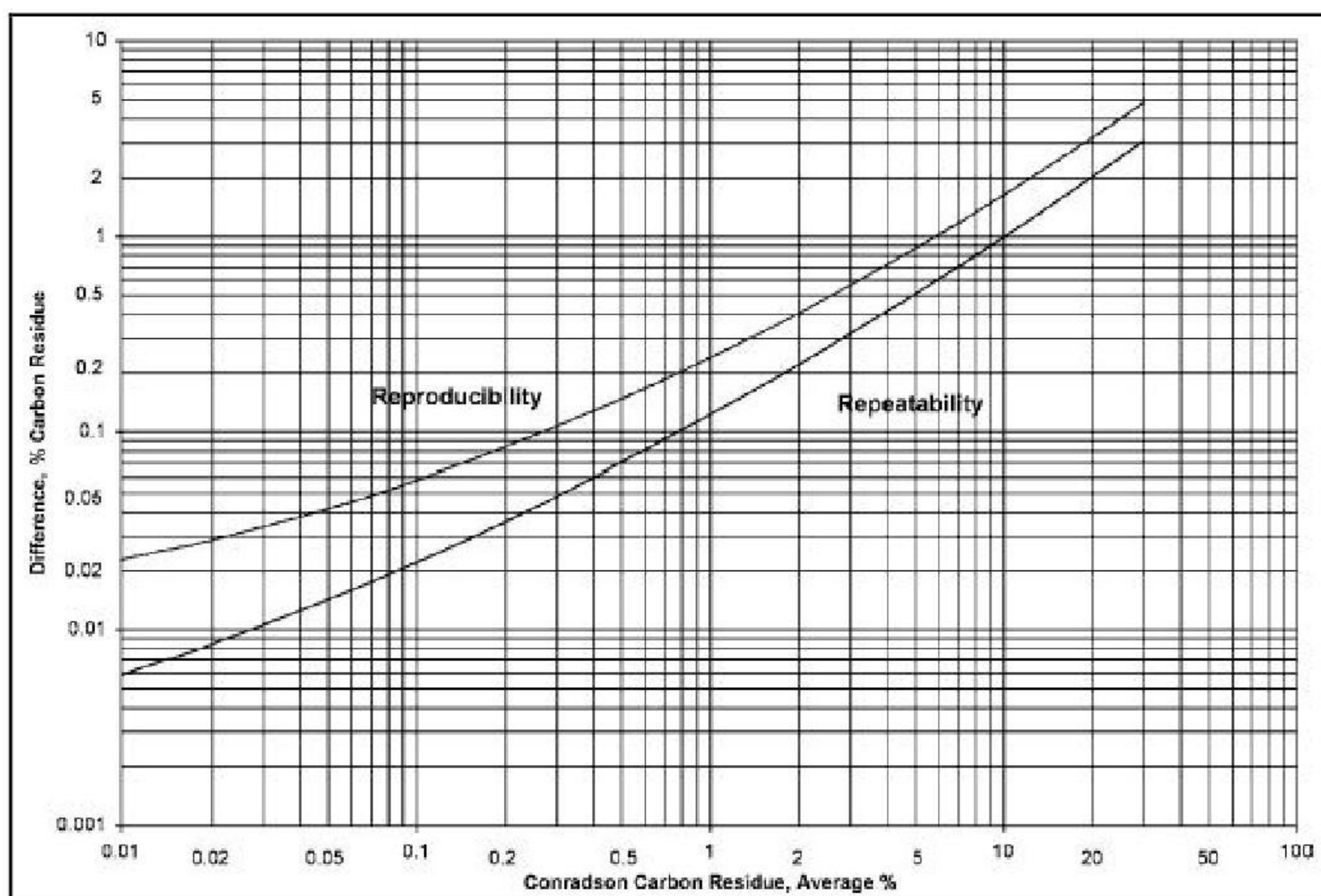
Presisi adalah ukuran ketelitian hasil uji yang dilakukan berulang. Dua bentuk presisi seperti berikut :

9.7.2.5.1 Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin, dan dalam waktu yang berdekatan.

Repitibilitas dapat dilihat pada Gambar 8.

9.7.2.5.2 Reprodusibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh dua orang penguji dari laboratorium yang berbeda dengan metode uji yang sama dan kondisi kerja yang konstan.

Reprodusibilitas dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8 - Grafik reabilitas dan reproduktibilitas dari data CCR

9.7.2.6 Pelaporan

Laporkan hasil yang didapat sebagai CCR atau CCR 10% residu dalam % berat dengan pembulatan 0,01.

9.8 Metode penentuan air dan sedimen

9.8.1 Ringkasan prosedur

Sejumlah 100 ml percontoh (yang jenuh air) diputar dengan kecepatan 800 rcf selama 10 menit pada temperatur 21°C sampai 32°C (70°F sampai 90°F) dengan tabung sentrifugal yang mampu dibaca sampai 0,005 ml dan terukur sampai 0,01 ml. Setelah diputar, dibaca volume air dan sedimen dengan kelipatan 0,005 ml yang gravitasnya lebih besar, berada pada lapisan bawah dasar tabung.

9.8.2 Peralatan

9.8.2.1 Alat pemutar komplit, yang berkemampuan memberikan minimum 500 gaya sentrifugal relatif pada setiap ujung tabung uji. Kecepatan putaran yang diperlukan untuk mendapatkan 500 gaya sentrifugal relatif tersebut, tergantung pada variasi diameter pengayun tabung, seperti persamaan berikut:

$$\text{RPM} = 1335 \sqrt{\text{rcf} / q} \quad \text{-----} \quad (1)$$

$$\text{RPM} = 265 \sqrt{\text{rcf} / q} \quad \text{-----} \quad (2)$$

Keterangan:

RPM adalah kecepatan putaran/menit

rcf adalah gaya sentrifugal relatif

q adalah diameter pengayun

(1) - dalam mm.

(2) - dalam inci.

Alat pemutar mampu beroperasi pada temperatur (60 ± 3)°C atau (140 ± 5)°F.

9.8.2.2 Tabung pemutar, bentuk ujung kerucut, panjang 8 inci (203 mm) atau 6 inci (167 mm), mempunyai skala volume dalam mm, sesuai standar ASTM D 1796 dan ASTM D 4007.

9.8.2.3 Penangas air, yang mampu beroperasi sampai 70°C.

9.8.2.4 Termometer, yang mempunyai pembagian skala 1°C (2°F) atau lebih kecil dengan ketepatan pengukuran $\pm 1^\circ\text{C}$ (2°F).

9.8.3 Persiapan percontoh

9.8.3.1 Jika percontoh minyak kental, setengah padat atau padat, panaskan percontoh dalam kontainer asli ke dalam penangas air pada temperatur 120°F sampai 140°F selama kurang lebih 15 menit.

9.8.3.2 Angkat percontoh dari penangas air, kemudian kocok secukupnya.

9.8.3.3 Tuangkan isi seluruh kontainer ke dalam sebuah bejana pemisah, kemudian aduk dengan pengaduk dengan kecepatan tertentu. Hindari masuknya udara ke dalam percontoh selama pengadukan.

9.8.3.4 Sambil terus diaduk, buka keran dan tampung percontoh yang keluar dengan gelas piala kecil, tutup keran kembali, dan kembalikan percontoh dalam gelas piala tersebut ke dalam bejana pemisah.

9.8.3.5 Lakukan cara 9.8.3.4 berulang-ulang (sedikitnya tiga kali) untuk menjaga agar komposisi percontoh yang terperangkap di dalam keran sama homogen dengan percontoh keseluruhan dalam bejana pemisah.

9.8.3.6 Selanjutnya percontoh siap untuk diambil sebagian untuk diuji, sambil terus diaduk.

9.8.4 Prosedur pengujian

9.8.4.1 Kontrol temperatur – wadah percontoh dan percontoh stabil pada temperatur laboratorium, yaitu antara 70°F sampai 90°F (21°C sampai 32°C) .

9.8.4.2 Untuk mencegah kehilangan air dan sedimen, sesegera mungkin, tuang percontoh ke dalam tabung sentrifugal sampai tanda 100 ml, kemudian ditutup dan ditempatkan dalam alat sentrifugal secara berlawanan, lalu diputar selama 10 menit dengan kecepatan (800 ± 60) rcf, kemudian catat hasilnya dengan pendekatan 0,005 ml.

9.8.5 Pelaporan

9.8.5.1 Laporkan jumlah kedua pembacaan volume sedimen dan air dari percontoh tersebut, seperti pada Tabel 7.

Tabel 8 - Pelaporan pembacaan volume

<u>volume air dan sedimen (ml)</u>		jumlah air dan sedimen (% vol)
tabung 1	tabung 2	
none visible	trace	0
none visible	0,025	0,025
0,025	0,025	0,050
0,025	0,050	0,075
0,050	0,050	0,100
0,050	0,075	0,125
0,075	0,075	0,150
0,075	0,100	0,175
0,100	0,100	0,200
0,100	0,150	0,250

9.9 Metode penentuan temperatur distilasi 90 %

9.9.1 Ringkasan prosedur

Percontoh didistilasi pada tekanan 0,13 kPa dan 6,7 kPa atau 1 mmHg dan 50 mmHg yang dikontrol secara akurat dengan kondisi yang diatur sedemikian rupa untuk mendapatkan hasil fraksinasi kira-kira 1 piringan teoritik. Data diperoleh dari titik didih permulaan, titik didih akhir dan kurva distilasi terhadap persen volume distilat dan temperatur titik didih ekuivalen atmosferik yang disiapkan.

9.9.2 Bahan-bahan

9.9.2.1 *n-Tetradecane*.

9.9.2.2 *ASTM Cetane Reference Fuel (n-Hexadecane)*.

9.9.2.3 *Greasesilicon - Grease silicon* vakum tinggi

9.9.2.4 *Olisilikon*.

9.9.2.5 *Toluene* teknis.

9.9.2.6 *Cyclohexane* teknis.

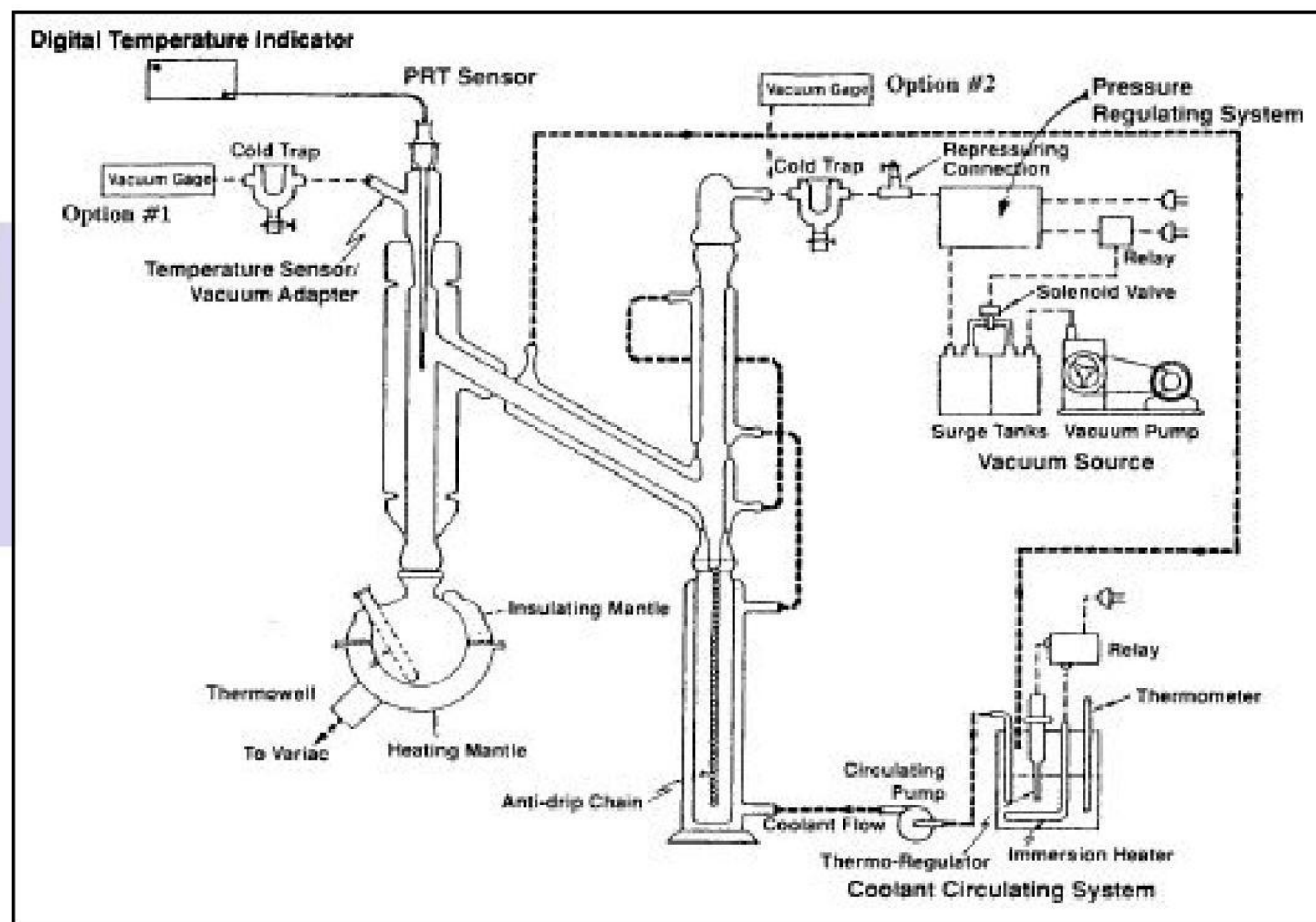
9.9.3 Peralatan

9.9.3.1 Unit alat distilasi vakum (Gambar 9), terdiri dari:

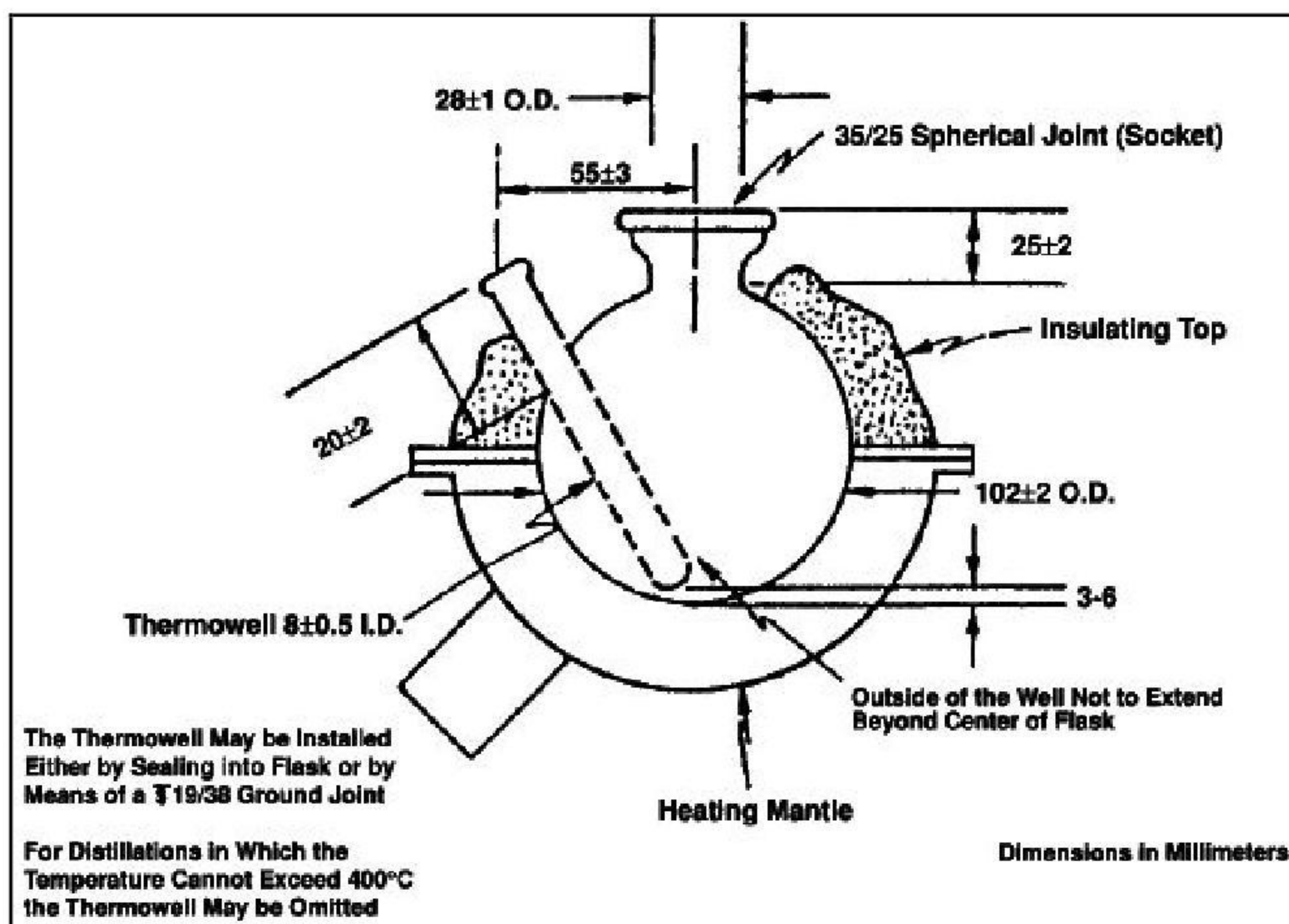
9.9.3.1.1 Labu distilasi 500 ml (Gambar 10).

9.9.3.1.2 Kolom distilasi berjaket .

- 9.9.3.1.3 Alat pengukur temperatur uap.
- 9.9.3.1.4 Pengumpul distilat.
- 9.9.3.1.5 *Gauge* vakum.
- 9.9.3.1.6 Sistem regulator vakum.
- 9.9.3.1.7 Pompa vakum.
- 9.9.3.1.8 Trap pendingin.
- 9.9.3.1.9 Sumber CO₂ atau udara tekanan rendah.
- 9.9.3.1.10 Sumber nitrogen rendah.
- 9.9.3.1.11 Sistem sirkulasi pendingin.



Gambar 9 - Unit alat distilasi vakum



Gambar 10 - Labu distilasi dan mantel pemanas

9.9.4 Prosedur pengujian

9.9.4.1 Atur temperatur pendingin kondenser setidaknya 30°C di bawah temperatur uap terendah yang diamati pada pengujian. Umumnya temperatur pendingin yang sesuai pada distilasi untuk berbagai material adalah 60°C .

9.9.4.2 Berdasarkan berat jenis percontoh, hitung berat percontoh mendekati 0,1 gram, ekuivalen 200 ml pada penerima. Timbang berat percontoh tersebut yang masuk pada labu distilasi.

9.9.4.3 Lumasi sambungan dari peralatan distilasi dengan pelumas yang sesuai, pastikan sambungan tersebut bersih dan kemudian pasang peralatan distilasi sesuai Gambar 9.

9.9.4.4 Masukkan beberapa tetes oli silikon pada dasar lubang tempat termometer.

9.9.4.5 Mulai hidupkan pompa vakum dan amati tanda-tanda pembusaan pada labu distilasi. Jika percontoh berbusa, biarkan tekanan pada alat naik secara perlahan sampai busanya menghilang. Dengan bantuan panas yang cukup dapat menghilangkan gas terlarutnya.

9.9.4.6 Setelah tekanan yang diinginkan tercapai, hidupkan pemanas dan segera setelah itu muncul uap pada leher *reflux*, atur kecepatan pemanasan sehingga distilat mengalir sebesar 6-8 ml/menit.

9.9.4.7 Catat temperatur uap, waktu dan tekanan setiap persentasi fraksi yang didapat mulai dari titik didih awal, 5°C , 10°C , 20°C , 30°C , 40°C , 50°C , 60°C , 70°C , 80°C , 90°C , 95°C , dan titik didik akhir. Jika temperatur cairan mencapai 400°C atau uap mencapai temperatur maksimum sebelum titik didih akhir teramati, catat temperatur uap dan total volume yang didapat pada saat distilasi tidak dapat dilanjutkan.

9.9.5 Pelaporan

Konversi pembacaan temperatur uap yang tercatat ke temperatur ekivalen atmosferik (AET) dengan rumus seperti di bawah ini :

$$AET = \frac{748,1A}{[1/(T + 273,1)] + 0,3861A - 0,00051606} - 273,1$$

Keterangan:

AET adalah *atmospheric equivalent temperature*, °C, and

T adalah Temperatur pengamatan uap, °C.

A adalah Menggunakan rumus di bawah ini (>2mmHg) ;

$$A = \frac{5.994295 - 0.972546 \log_{10} P}{2663.129 - 95.76 \log_{10} P} \text{ untuk tekanan di atas 2 mmHg}$$

atau

$$A = \frac{5.897249 - 0.987672 \log_{10} P}{2962.909 - 43.0 \log_{10} P} \text{ untuk tekanan di atas 2 mmHg}$$

Keterangan:

P adalah Tekanan operasi, mmHg

9.9.6 Presisi

Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin dan dalam waktu yang berdekatan. Lihat Tabel 8.

Reprodusibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh dua orang penguji dari laboratorium yang berbeda dengan metode uji yang sama dan kondisi kerja yang konstan. Lihat Tabel 8.

Tabel 9 -Presisi

Criteria Pressure	Repeatability				Reproducibility			
	0.19 kPa (1 mm Hg)		1.9 kPa (10 mm Hg)		0.19 kPa (1 mm Hg)		1.9 kPa (10 mm Hg)	
IBP	17		15		56		49	
FBP	9.9		7.1		31		27	
Volume Recovered	5-50 %	60-90 %	5-50 %	60-90 %	5-50 %	60-90 %	5-50 %	60-90 %
C/V %								
0.5	2.4	2.5	1.9	2.0	6.5	3.9	7.0	5.4
1.0	2.9	3.0	2.4	2.5	10	6.0	9.3	7.2
1.5	3.2	3.3	2.8	2.9	13	7.8	11	8.5
2.0	3.4	3.5	3.1	3.2	16	9.4	12	9.6
2.5	3.6	3.7	3.3	3.5	18	11	14	11
3.0	3.8	3.9	3.6	3.7	21	12	15	11
3.5	3.9	4.0	3.8	3.9	23	13	16	12
4.0	4.0	4.2	3.9	4.1	25	15	16	13
4.5	4.1	4.3	4.1	4.3	27	16	17	13
5.0	4.2	4.4	4.3	4.4	29	17	18	14
5.5	4.3	4.5	4.4	4.6	30	18	19	15
6.0	4.4	4.6	4.5	4.7	32	19	19	15
6.5	4.5	4.7	4.7	4.8	34	20	20	16
7.0	4.6	4.8	4.8	5.0	35	23	21	16
7.5	4.7	4.9	4.9	5.1	37	22	21	16
8.0	4.8	4.9	5.0	5.2	38	23	22	17
8.5	4.8	5.0	5.1	5.3	40	24	22	17
9.0	4.9	5.1	5.2	5.4	41	25	23	18
9.5	5.0	5.1	5.3	5.5	43	25	23	18
10.0	5.0	5.2	5.4	5.6	44	26	24	19
10.5	5.1	5.2	5.5	5.7	46	27	24	19
11.0	5.1	5.3	5.6	5.8	47	28	25	19
11.5	5.2	5.4	5.7	5.9	48	29	25	20
12.0	5.2	5.4	5.8	6.0	50	30	26	20
12.5	5.3	5.5	5.9	6.1	51	30	26	20
13.0	5.3	5.5	6.0	6.2	52	31	27	21
13.5	5.4	5.6	6.0	6.3	54	32	27	21
14.0	5.4	5.6	6.1	6.3	55	33	27	21
14.5	5.5	5.7	6.2	6.4	56	33	28	22
15.0	5.5	5.7	6.3	6.5	57	34	28	22

9.10 Metode penentuan abu tersulfatkan

9.10.1 Ringkasan prosedur

Percontoh dinyalakan dan dibiarkan terbakar sampai tertinggal hanya karbon. Setelah pendinginan, residu ditambahkan asam sulfat, kemudian dipanaskan sampai temperatur 775°C sampai karbon teroksidasi sempurna. Abu kemudian didinginkan, kembali ditambah asam sulfat dan dipanaskan sampai temperatur 775°C untuk mendapatkan berat tetap.

9.10.2 Bahan-bahan

9.10.2.1 Asam sulfat pekat (dengan densitas relatif = 1,84).

PERINGATAN Bahan bersifat beracun, korosif, pengoksidasi yang kuat.

9.10.2.2 Asam sulfat (1:1) Tambahkan perlahan-lahan 1 volume asam sulfat pekat (densitas relatif = 1,84) ke dalam 1 volume air suling sambil diaduk.

9.10.2.3 Propanol -2.

9.10.2.4 Toluena.

9.10.3 Peralatan

9.10.3.1 Cawan atau pinggan penguapan kapasitas 50 sampai 100 ml, untuk percontoh yang mengandung kadar abu sulfat di atas 0,02% berat, atau kapasitas 120 ml sampai 150 ml untuk percontoh yang mengandung kadar abu sulfat di bawah 0,02% berat, terbuat dari porselin, silika atau platina.

9.10.3.2 Tanur *Muffle* listrik, yang mempunyai kemampuan beroperasi konstan pada temperatur $(775 \pm 25)^\circ\text{C}$.

9.10.3.3 Timbangan, yang mempunyai kemampuan menimbang dengan ketelitian 0,1 mg.

9.10.3.4 *Burner*, tipe Meker dengan gas.

9.10.3.5 Pelat pemanas (*Hot Plate*).

9.10.3.6 Ruang asam.

9.10.3.7 Pengaduk mekanik.

9.10.4 Persiapan

9.10.4.1 Panaskan cawan atau pinggan pada temperatur 700°C sampai 800°C selama ± 15 menit. Dinginkan sampai temperatur ruang pada tempat yang sesuai (dalam desikator yang tidak mengandung bahan pengering), kemudian timbang dengan pembulatan 0,1 mg. Panaskan percontoh dalam kontainer asli ke dalam penangas air pada temperatur 120°F sampai 140°F selama kurang lebih 15 menit.

9.10.4.2 Angkat percontoh dari penangas air, kemudian kocok secukupnya.

9.10.4.3 Tuangkan isi seluruh kontainer ke dalam sebuah bejana pemisah, aduk dengan pengaduk pada kecepatan tertentu. Hindari masuknya udara ke dalam percontoh.

9.10.4.4 Sambil terus diaduk, buka kran dan tampung percontoh yang keluar dengan piala gelas kecil, tutup kran kembali, dan kembalikan percontoh dalam piala gelas tersebut ke dalam bejana pemisah.

9.10.4.5 Lakukan cara 9.10.4.4 berulang (sedikitnya 3 kali) untuk menjaga komposisi percontoh yang terperangkap sama homogen dengan percontoh keseluruhan dalam bejana pemisah.

9.10.4.6 Selanjutnya percontoh siap untuk diambil sebagian untuk diuji, sambil terus diaduk.

9.10.2 Prosedur pengujian

9.10.5.1 Pilih cawan atau pinggan yang sesuai, panaskan pada 775°C selama kurang lebih 10 menit. Dinginkan pada temperatur ruangan dalam desikator (tanpa pengering), kemudian timbang dengan ketelitian 0,1 mg.

9.10.5.2 Timbang percontoh ke dalam cawan atau pinggan sejumlah 10 g sampai 80g, dengan ketentuan seperti persamaan berikut:

$$W = \frac{10}{a}$$

Keterangan:

W adalah berat percontoh (g);

a adalah persen kadar abu yang diharapkan (%).

Jika diperkirakan abu sulfat dari percontoh adalah 2% berat atau lebih, encerkan percontoh yang telah ditimbang dalam pinggan dengan minyak mineral sampai kira-kira 10 kali.

9.10.5.3 Panaskan cawan atau pinggan berisi percontoh dengan *burner* sampai menyala dan terbakar sendiri. Biarkan dan jaga agar percontoh dapat terbakar sendiri sampai tidak mengeluarkan asap dan tersisa hanya kerak karbon.

9.10.5.4 Ganti dengan percontoh baru, jika percontoh pertama mengandung banyak air atau terbentuk busa dan tumpah, tambahkan 1 sampai 2 ml propanol-2.

9.10.5.5 (Peringatan mudah terbakar) sebelum dipanaskan, jika ini tidak membantu, tambahkan 10 ml campuran propanol-2 dengan toluena (dengan perbandingan 1:1).

9.10.5.6 (Peringatan mudah terbakar dan uap beracun) aduk sampai homogen. Tempatkan beberapa lembar kertas saring tanpa abu pada campuran tersebut, kemudian panaskan.

9.10.5.7 Dinginkan cawan atau pinggan pada temperatur ruangan, kemudian teteskan asam sulfat pekat (densitas relatif = 1,84) sampai residu basah seluruhnya.

9.10.5.8 Panaskan cawan di atas pelat pemanas perlahan-lahan, sampai asap putih yang timbul habis teruapkan.

9.10.5.9 Masukkan cawan ke dalam tanur pada temperatur (775 ± 25)°C, kemudian teruskan pemanasan sampai oksidasi hampir atau selesai sempurna.

9.10.5.10 Dinginkan cawan pada temperatur ruangan. Tambahkan 3 tetes air suling dan 10 tetes asam sulfat (1:1), gerakkan cawan hingga residu basah oleh cairan.

9.10.5.11 Panaskan cawan di atas pelat pemanas (seperti pada 9.10.5.3), kemudian masukkan lagi ke dalam tanur pada temperatur $(775 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ selama 30 menit.

9.10.5.12 Dinginkan cawan pada temperatur ruangan dalam desikator (tanpa pengering).

9.10.5.13 Timbang cawan beserta residu dengan ketelitian 0,1 mg, sampai berat tetap (perbedaan kurang dari 1 mg).

9.10.5.14 Kerjakan blanko dengan cawan platina dengan menambahkan 1 ml asam sulfat pekat, untuk percontoh yang menghasilkan kadar abu sulfat di bawah 0,02% berat.

9.10.3 Perhitungan

Hitung persentase abu sulfat dalam percontoh asli seperti berikut :

$$\text{Abu sulfat (\% berat)} = \frac{w}{W} \times 100$$

Keterangan:

w adalah berat abu sulfat (g);

W adalah berat percontoh (g).

9.10.4 Presisi

Presisi adalah ukuran ketelitian hasil uji yang dilakukan berulang. Dua bentuk presisi yaitu:

Repitibilitas, adalah perbedaan dua hasil uji dari percontoh yang sama, yang dikerjakan oleh penguji yang sama, dengan alat yang sama, pada kondisi kerja sekonstan mungkin dan dalam waktu yang berdekatan.

Repitibilitas untuk abu sulfat antara 0,005 sampai 0,10% berat, $r = 0,047 \times X^{0,85}$

Repitibilitas untuk abu sulfat antara 0,100 sampai 25% berat, $r = 0,060 \times X^{0,75}$

9.11 Metode penentuan belerang

9.11.1 Ringkasan metode

Percontoh bahan bakar diinjeksikan, atau diletakkan dalam sampan (*boat*) dimasukkan ke dalam tabung pembakaran bertemperatur tinggi sehingga belerang teroksidasi menjadi belerang dioksida (SO_2) di dalam atmosfir kaya oksigen. Air hasil pembakaran disingkirkan dan gas hasil-bakar keringnya dipaparkan pada sinar ultraviolet (UV). SO_2 menyerap sinar UV dan terkonversi menjadi belerang dioksida tereksitasi (SO_2^*). Fluoresensi yang dipancarkan oleh SO_2^* , ketika kembali ke keadaan tenang/stabil dideteksi oleh sebuah tabung pelipat-ganda kuat pancaran dan sinyal yang dihasilkan merupakan ukuran belerang yang terkandung di dalam percontoh bahan bakar.

PERINGATAN Keterpaparan sinar UV dalam jumlah yang berlebihan pada bagian tubuh tidak baik bagi kesehatan. Operator harus berupaya agar bagian-bagian tubuhnya, terutama mata, terhindar dari sinar UV langsung maupun radiasi sekunder atau hamburan-hamburannya.

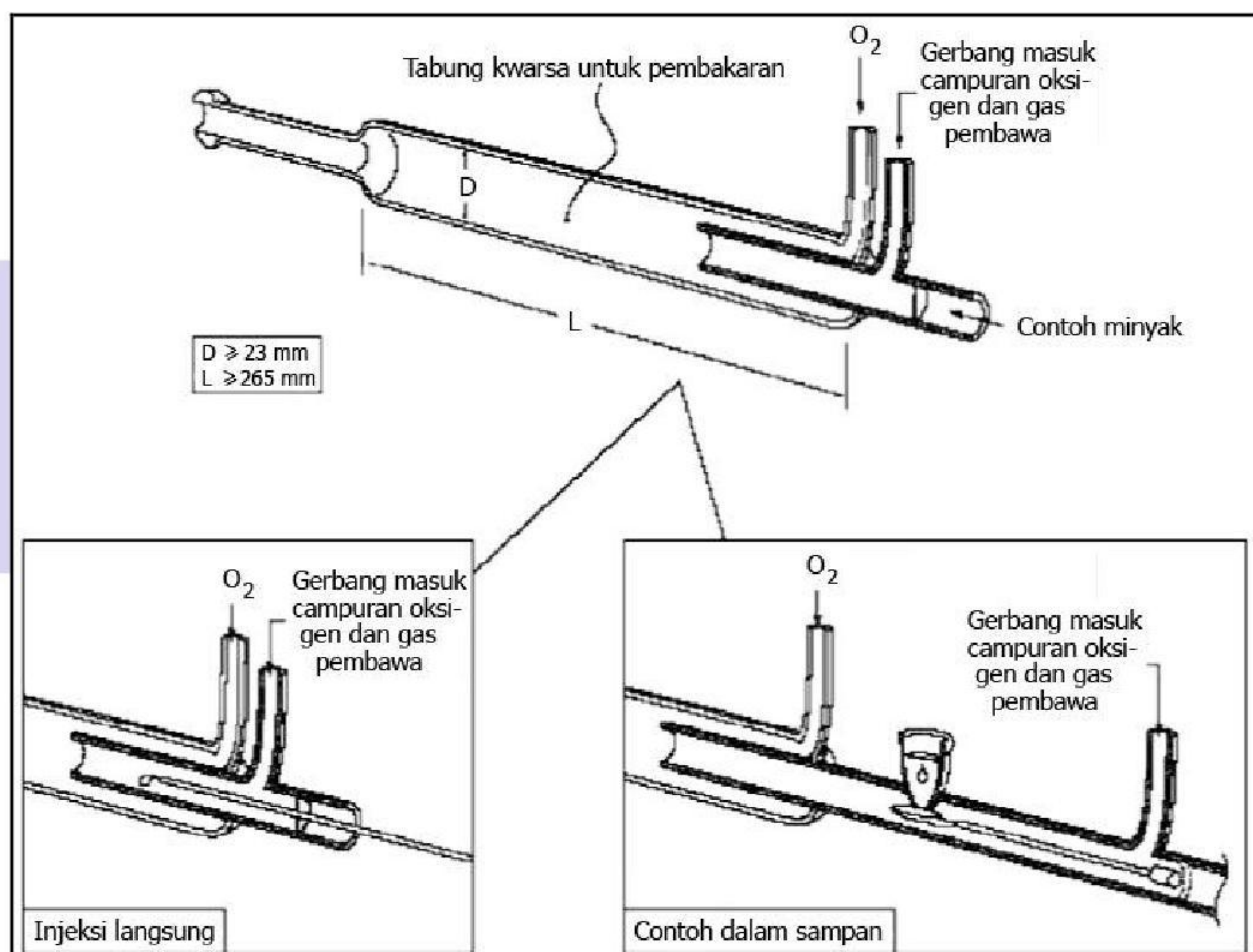
9.11.2 Peralatan

9.11.2.1 Tungku, tungku listrik yang dipertahankan/dioperasikan pada temperatur $(1075 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ sehingga mampu mempirolisis percontoh secara sempurna dan mengoksidasi belerang menjadi SO_2 .

9.11.2.2 Tabung pembakaran (lihat Gambar 11). Sebuah tabung pembakaran berbahan kwarsa dan dikonstruksi agar memungkinkan penginjeksian langsung percontoh bahan bakar ke dalam ruang oksidasi yang panas di dalam tungku atau agar lorong pemasukan percontoh bahan bakarnya cukup besar sehingga dapat mengakomodasi sampan berisi percontoh bahan bakar. Tabung pembakaran ini harus memiliki pipa-pipa samping untuk saluran pemasukan oksigen dan gas pembawa. Diameter ruang oksidasinya harus cukup besar untuk menjamin pembakaran sempurna percontoh yang diuji. Konfigurasi selain dari yang ditampilkan dalam Gambar 11 dapat diterima jika ketelitian hasilnya tetap terjaga.

9.11.2.3 Pengendali aliran, dua buah pengendali aliran untuk mempertahankan pasokan oksigen dan gas pembawa pada laju alir yang konstan.

9.11.2.4 Tabung membran pengering (*membrane drying tube*), reaksi oksidasi menghasilkan uap air yang harus dihilangkan sebelum gas hasil bakar diukur oleh detektor. Tugas ini dapat dilakukan oleh sebuah tabung membran pengering, atau pengering permeasi, yang memanfaatkan aksi kapiler selektif untuk menghilangkan uap air.



Gambar 11 - Tabung pembakaran konvensional (berkonfigurasi lazim)

9.11.2.5 Detektor fluoresensi UV, detektor yang secara kualitatif maupun kuantitatif mampu mengukur sinar yang dipancarkan dari fluoresensi belerang dioksida yang tereksitasi oleh sinar UV.

9.11.2.6 Penyuntik mikroliter, alat suntik mikroliter (*microlitre syringe*) yang mampu secara seksama menyuntikkan 5 μ l sampai 20 μ l cairan dengan panjang jarum (50 \pm 5) mm.

9.11.2.7 Sistem pemasukan percontoh, dapat digunakan salah satu dari 2 sistem berikut.

9.11.2.7.1 Sistem injeksi langsung (lihat Gambar 12), sistem injeksi langsung harus mampu menginjeksikan percontoh bahan bakar secara kuantitatif ke dalam aliran gas pembawa

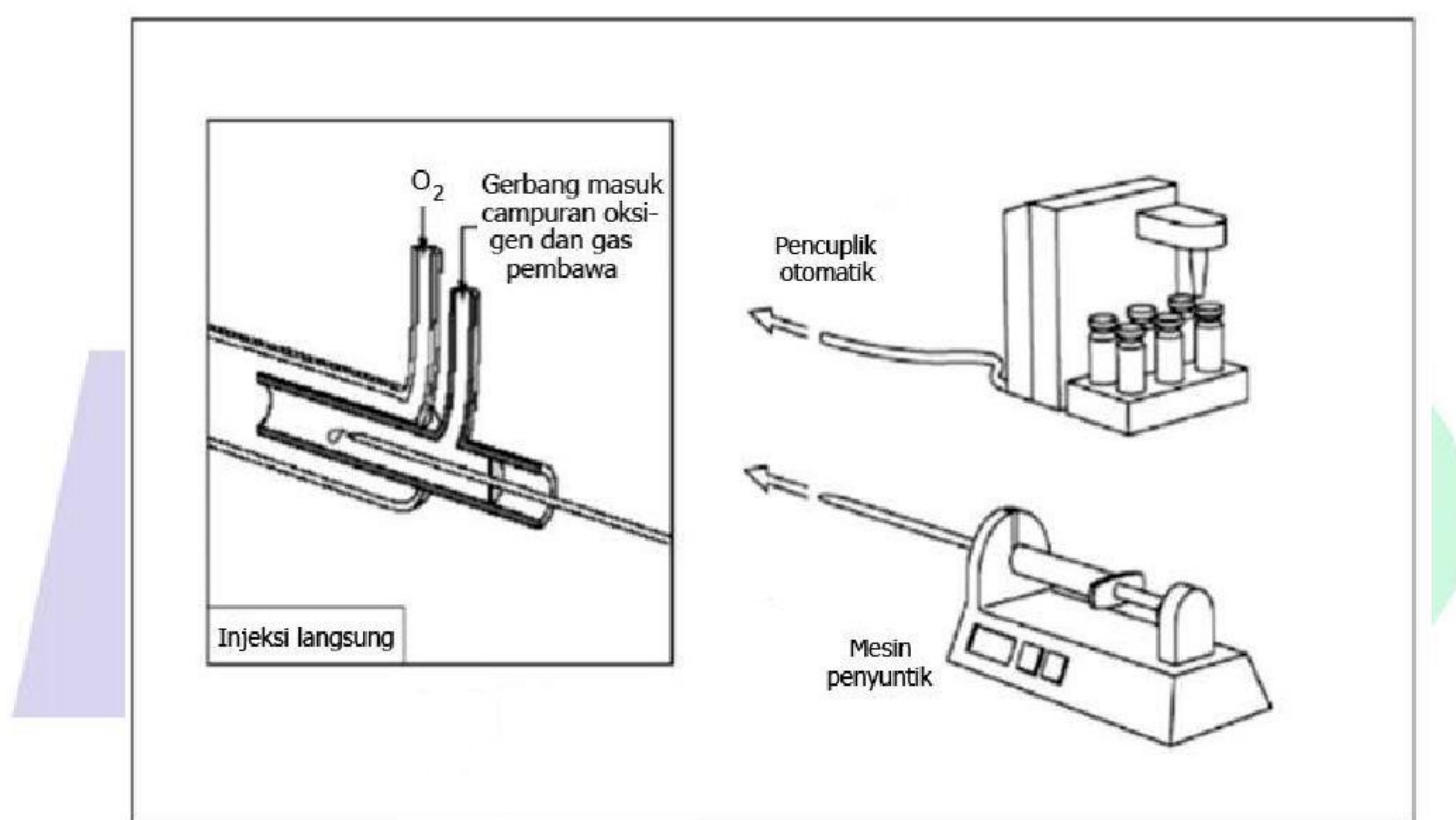
yang mengangkutnya ke dalam ruang oksidasi. Yang dibutuhkan adalah mesin penyuntik yang menginjeksikan percontoh dengan laju 1 $\mu\text{l/detik}$.

9.11.2.7.2 Sistem penghantaran dengan sampan (lihat Gambar 13), percontoh bahan bakar dimuatkan ke dalam sampan penghantar yang juga terbuat dari kwarsa dan sebuah mesin yang akan mendorong atau menarik sampan percontoh ke dalam atau keluar dari tabung pembakaran dengan kecepatan tertentu dan terkendali.

9.11.2.8 Sirkulator fluida dingin, alat yang mampu memasok bahan pendingin bertemperatur rendah hingga 4°C; diperlukan jika menggunakan sistem penghantaran dengan sampan.

9.11.2.9 Rekorder kertas bergaris (*strip chart recorder*), (opsional).

9.11.2.10 Neraca/timbangan, berketelitian $\pm 0,01$ mg.



Gambar 12 - Sistem injeksi langsung

9.11.3 Reagen-reagen

9.11.3.1 Kemurnian reagen, semua reagen harus bermutu pro analisis.

9.11.3.2 Gas inert, argon atau helium, kemurnian minimum 99,998%, kadar air maksimum 5×10^{-6} berat per berat.

9.11.3.3 Oksigen, mutu kromatografi, kemurnian minimum 99,75%, kadar air maksimum 5×10^{-6} berat per berat, dikeringkan melalui *molecular sieves*.

9.11.3.4 Pelarut, toluena, xilena, atau isooktana dengan kandungan kontaminan belerang tidak terdeteksi.

9.11.3.5 Dibenzotiofen, dengan berat molekul 184,26 dan kadar belerang 17,399% berat per berat.

9.11.3.6 Butil sulfida, dengan berat molekul 146,29 dan kadar belerang 21,92% berat per berat.

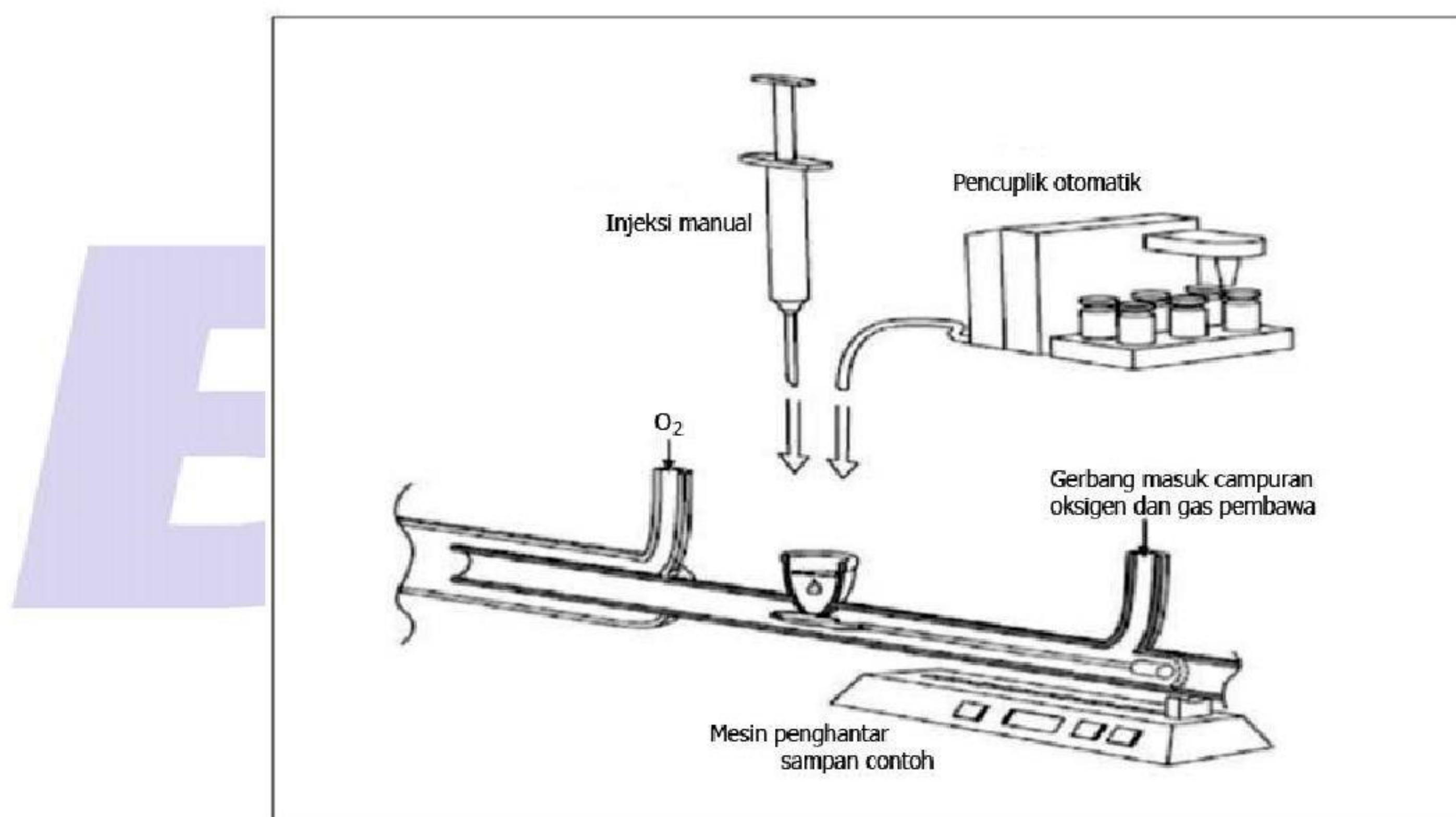
9.11.3.7 Benzotiofen (tionaften), dengan berat molekul 134,20 dan kadar belerang 23,90% berat per berat.

9.11.3.8 Wol kwarsa (*quartz wool*).

9.11.3.9 Larutan stok belerang, 1 000 µg-S/ml, buat larutan stok secara akurat dengan menimbang sekitar 0,574 8 g dibenzotiofen, atau 0,456 2 g butil sulfida, atau 0,418 4 g tionaften ke dalam labu takar 100 ml. Encerkan sampai ke batas takar dengan salah satu pelarut (toluena, xilena atau isooktana). Larutan stok dapat diencerkan lebih lanjut untuk memperoleh konsentrasi belerang yang diinginkan. Larutan stok tidak boleh berumur lebih dari 3 bulan.

9.11.3.10 Pengendalian kualitas percontoh

Sebaiknya satu atau lebih minyak atau cairan hidrokarbon yang stabil dan mewakili percontoh-percontoh yang biasa diuji/diperiksa digunakan untuk pengecekan validitas proses pengujian.



Gambar 13 - Sistem penghantaran dengan sampan

9.11.4 Persiapan peralatan

9.11.4.1 Rangkai peralatan dan pastikan tidak ada kebocoran, sesuai dengan prosedur.

9.11.4.2 Berdasarkan pada metode pemasukan percontoh yang diterapkan, atur peralatan sehingga berkondisi sebagai berikut :

Laju gerak mesin penyuntik (700-750)	: 1 µl/detik
Laju gerak penghantar sampan (700-750)	: 140 mm/menit sampai 160 mm/menit
Temperatur tungku	: (1 075 ± 25)°C
Laju alir oksigen tungku/tabung bakar (3,8-4,1)	: 450 ml/menit sampai 500 ml/menit
Laju alir oksigen ke lorong percontoh (0,4-0,8)	: 10 ml/menit sampai 30 ml/menit
Laju alir gas pembawa ke lorong percontoh (3,4-3,6)	: 130 ml/menit sampai 160 ml/menit

9.11.4.3 Atur kepekaan/sensitifitas dan kestabilan *baseline* serta lakukan prosedur-prosedur pembuatan blangko (*blanking*) sesuai prosedur dari pembuatnya.

9.11.5 Kalibrasi dan standardisasi

9.11.5.1 Berdasarkan perkiraan konsentrasi belerang pada percontoh, pilih salah satu kurva yang ada pada Tabel 9 untuk membuat deret konsentrasi standar dari larutan stok belerang. (lihat 9.11.3.9). Nilai koefisien korelasi adalah 0,999.

Tabel 10 - Kisaran konsentrasi belerang dan konsentrasi standar

Kurva I Belerang ng/μl	Kurva II Belerang ng/μl	Kurva III Belerang ng/μl
0,50	5,00	100,00
1,00	25,00	500,00
2,50	50,00	1 000,00
5,00	100,00	
10,00		
Ukuran injeksi : 10-20 μl	Ukuran injeksi : 5-10 μl	Ukuran injeksi : 5 μl

Untuk tiap larutan standar, selanjutnya dilakukan langkah-langkah 9.11.5.2 sampai dengan 9.11.5.4.

9.11.5.2 Sebelum analisis, bilas alat suntik mikroliter beberapa kali dengan percontoh. Jika di dalam kolom cairan terdapat gelembung, bilas alat suntik dan isap percontoh yang baru.

9.11.5.3 Volume percontoh yang disarankan untuk diinjeksikan disesuaikan dengan Tabel 9. Untuk keseragaman kondisi pembakaran, sangat disarankan agar volume percontoh yang diinjeksikan selalu sama (misalnya 10 μl). Jika pengisapan dan penginjeksian percontoh dilakukan secara manual, pengukuran volume percontoh yang diinjeksikan disarankan sebagai berikut : (a). Isi reservoir alat suntik sampai level tertentu dan tarik tangkai pengisapnya sehingga udara terhisap dan permukaan bawah cairan berada pada garis skala 10% dan catat volume cairan dalam reservoir, (b). Sesudah penginjeksian contoh, tarik kembali tangkai pengisap sehingga permukaan bawah cairan berada pada garis skala 10% dan catat volume cairan dalam reservoir, (c). Beda volume cairan dalam reservoir pada (a) dan (b) adalah volume percontoh yang diinjeksikan.

9.11.5.4 Terdapat dua teknik/sistem pemasukan percontoh ke dalam alat analisis.

9.11.5.4.1 Sistem injeksi langsung, sisipkan alat suntik dengan hati-hati hingga jarum masuk ke tabung pembakaran dan sisipkan alat suntik pada mesin penyuntik. Tunggu beberapa saat agar *baseline* menjadi stabil kembali. Sesudah residu-residu di dalam jarum suntik terbakar, baru volume percontoh yang sudah ditetapkan diinjeksikan. Sesudah penginjeksian, alat suntik dikeluarkan setelah *baseline* stabil kembali.

9.11.5.4.2 Untuk sistem penghantaran dengan sampan, secara perlahan dan hati-hati injeksikan seluruh percontoh ke dalam sampan berisi wol kwarsa; upayakan agar tidak ada cairan tertinggal di bagian luar ujung jarum suntik. Keluarkan alat suntik dan segera mulai analisis. *Baseline* dari instrumen harus tetap stabil hingga sampan mendekati tungku dan penguapan percontoh mulai terjadi. Sampan bisa ditarik keluar dari tungku sesudah mencapai *baseline* awal dan stabil. Sesudah sampan kembali ke posisi awal, dinginkan peralatan analisis minimal satu menit, sebelum penyuntikan percontoh berikutnya.

9.11.5.5 Ukur standar kalibrasi dan blangko masing-masing sebanyak tiga kali (sesuai prosedur 9.11.5.2 sampai dengan 9.11.5.4). Kurangi nilai rata-rata hasil injeksi blangko dari masing-masing nilai standar kalibrasi, untuk mendapatkan nilai *netto* pada tiap konsentrasi

belerang. Buat kurva dan persamaan regresi hubungan nilai netto (sumbu y) dengan kadar belerang yang diinjeksikan (sumbu x). Kurva harus linier dan unjuk-kerja sistem harus dicek setiap kali pengoperasian/penggunaan. Jika peralatan analisis dilengkapi dengan program komputer untuk pembuatan kurva dan persamaan kalibrasi, ikuti petunjuk-petunjuk yang ada di dalam buku manualnya.

9.11.6 Prosedur analisis

9.11.6.1 Konsentrasi belerang dalam percontoh harus kurang dari konsentrasi standar paling tinggi dan lebih besar dari konsentrasi standar paling rendah yang digunakan dalam kalibrasi. Jika diperlukan, pengenceran dapat dilakukan berdasarkan berat atau volume.

9.11.6.2 Pengenceran berdasarkan gravimetri (berat per berat) – catat berat dan total berat percontoh serta pelarut.

9.11.6.3 Pengenceran berdasarkan volumetri (berat per volume) – catat berat dan volume percontoh serta pelarut.

9.11.6.4 Catat hasil pengukuran terhadap percontoh yang dianalisis dengan prosedur 9.11.5.2 sampai 9.11.5.4. Lakukan tiga analisis (triplo) untuk tiap percontoh dan rata-ratakan nilainya. Pada tiap analisis, periksa tabung pembakaran dan jalur-jalur aliran lainnya untuk memastikan bahwa percontoh yang diinjeksikan teroksidasi sempurna, yaitu bahwa pada komponen-komponen ini tidak tertinggal jelaga atau kokas. Jika terjadi penjelagaan atau pengokasan, maka komponen-komponen berjelaga atau berkokas harus dibersihkan sesuai dengan prosedur. Selanjutnya, peralatan dirangkai kembali dan pastikan tidak terjadi kebocoran, kemudian lakukan kalibrasi dan standardisasi ulang.

9.11.7 Perhitungan kadar belerang

9.11.7.1 Berdasarkan nilai rata-rata dari percontoh yang dianalisis, tentukan kadar belerang di dalam percontoh tersebut dengan menggunakan kurva atau persamaan regresi kalibrasi (lihat butir 9.11.7.2). Kadar belerang di dalam percontoh yang dianalisis (dalam satuan mg/l) diperoleh dengan membagi angka berat belerang tersebut dengan volume percontoh yang diinjeksikan. Jika dikehendaki satuan kadar belerang dalam mg/kg, bagi kadar belerang dalam satuan mg/l tersebut dengan massa jenis biodiesel (sesuai hasil uji pada butir 9.1).

9.11.7.2 Penentuan kadar belerang di dalam percontoh yang diinjeksikan dengan menggunakan persamaan regresi kalibrasi adalah :

$$\text{Kadar Sulfur } (\mu\text{g/g}) = \frac{(I - Y)}{S \times M \times K_g}$$

atau

$$\text{Kadar Sulfur } (\mu\text{g/g}) = \frac{(I - Y(1\,000))}{S \times V \times K_v}$$

Keterangan :

- D adalah densitas larutan percontoh, g/ml
- I adalah respon rata-rata detektor untuk larutan percontoh
- K_g adalah faktor pengenceran gravimetrik, berat percontoh perberat total percontoh dan pelarut (g/g)
- K_v adalah faktor pengenceran volumetrik, berat percontoh per volume total percontoh dan pelarut (g/ml)
- M adalah berat larutan percontoh yang diinjeksikan (dapat diukur langsung atau dihitung dari pengukuran volume injeksi dan densitas, $V \times D$, g)

- S adalah *slope* kurva standar, *counts*/μg S
 V adalah volume injeksi larutan percontoh (dapat diukur langsung atau dihitung dari pengukuran berat percontoh yang diinjeksikan dan densitas, M/D, μl)
 Y adalah *intercept* kurva standar
 1 000 adalah faktor perubahan dari μl ke ml

Pada analisis rutin yang menggunakan faktor koreksi blanko, hitung kadar belerang larutan percontoh dalam μg/g dengan rumus berikut :

$$\text{Kadar Sulfur } (\mu\text{g/g}) = \frac{G \times 1\,000}{M \times K_g}$$

atau

$$\text{Kadar Sulfur } (\mu\text{g/g}) = \frac{G \times 1\,000}{V \times D}$$

Keterangan :

- D adalah densitas larutan percontoh, mg/μl (injeksi netto), atau konsentrasi larutan, mg/μl, (volume injeksi pengenceran)
 Kg adalah faktor pengenceran gravimetrik (berat percontoh uji per berat total percontoh uji dan pelarut, g/g)
 M adalah berat larutan percontoh yang diinjeksikan (dapat diukur langsung atau dihitung dari pengukuran volume injeksi dan densitas, V x D, mg)
 V adalah volume injeksi larutan percontoh (dapat diukur langsung atau dihitung dari pengukuran berat percontoh yang diinjeksikan dan densitas, M/D, μl)
 G adalah kadar sulfur dalam percontoh uji, μg
 1 000 adalah faktor perubahan dari μg/mg ke μg/g

9.11.7.3 Untuk pelaporan, bulatkan kadar belerang ke nilai mg/l atau mg/kg tanpa angka di belakang koma yang terdekat.

9.11.8 Catatan akhir

Pada percontoh yang berkadar belerang lebih dari 100 mg/kg, perlu dilakukan pengenceran (dengan salah satu pelarut yang terdaftar di 9.11.3). Dalam hal ini, analisis blanko harus dilakukan untuk menentukan nilai rata-rata *netto* dari instrumen dan faktor pengenceran harus diikutsertakan dalam perhitungan kadar belerang dalam percontoh.

9.12 Metode penentuan fosfor

9.12.1 Definisi

Metode analisis ini menguraikan prosedur untuk menentukan kadar fosfor melalui pengabuan percontoh ester alkil yang telah ditambahi seng oksida (ZnO), dilanjutkan dengan pengukuran spektrofotometrik fosfor sebagai asam kompleks fosfomolibdat yang berwarna biru.

9.12.2 Lingkup

Dapat diterapkan untuk biodiesel yang berupa ester alkil (metil, etil, isopropil, dan sejenisnya) dari asam-asam lemak.

9.12.3 Peralatan

9.12.3.1 Krus-krus Vycor (atau yang ekuivalen) – mampu menahan temperatur oven/tungku Muffle/pemanas sampai paling sedikitnya 600°C, kapasitas 50 ml.

9.12.3.2 Kaca masir (kaca arloji) – diameter 75 mm.

9.12.3.3 Pelat pemanas listrik dengan pengendali *reostat*.

9.12.3.4 Oven/tungku *Muffle*/pemanas – dengan pirometer dan pengendali yang sesuai untuk mempertahankan temperatur 550°C sampai 600°C.

9.12.3.5 Corong gelas – bertangkai pendek dan berdiameter 50 mm.

9.12.3.6 Kertas saring – tidak berabu, diameter 90 mm, *Whatman* no. 42 atau yang ekuivalen.

9.12.3.7 Botol pencuci – 1 l, untuk pencucian dengan air panas.

9.12.3.8 Labu-labu ukur/takar volumetrik – 50, 100, 250, dan 500 ml, masing-masing bertutup gelas.

9.12.3.9 Pipet-pipet seukuran – 2,5, 10 dan 25 ml.

9.12.3.10 Pipet tipe *Mohr*, 10 ml, dengan skala 0,1 ml.

9.12.3.11 Spektrofotometer, mampu mengukur absorbansi pada 650 nm dengan keakuratan 0,5%.

9.12.3.12 Kuvet-kuvet – $(1\ 000 \pm 0,005)$ cm, cocok untuk daerah sinar tampak.

9.12.4 Reagen-reagen

9.12.4.1 Asam klorida (HCl) pekat – berat jenis 1,19 (lihat catatan peringatan).

9.12.4.2 Seng oksida (ZnO) – mutu reagen (*reagent grade* atau p.a.)

9.12.4.3 Pelet-pelet kalium hidroksida (KOH) – mutu reagen (lihat catatan peringatan).

9.12.4.4 Asam sulfat (H₂SO₄) pekat – berat jenis 1,84 (lihat catatan peringatan).

9.12.4.5 Natrium molibdat – mutu reagen.

9.12.4.6 Hidrazin sulfat – mutu reagen (lihat catatan peringatan).

9.12.4.7 Kaliumdihidrogen fosfat (KH₂PO₄) – mutu reagen; dikeringkan dahulu selama 2 jam pada 101°C sebelum digunakan.

9.12.5 Larutan-larutan

9.12.5.1 Natrium molibdat, tambahkan hati-hati 140 ml asam sulfat pekat ke dalam 300 ml akuades. Dinginkan sampai temperatur kamar dan tambahi 12,5 gram natrium molibdat. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 500 ml dan encerkan dengan akuades sampai ke garis batas-takarnya; campurkan baik-baik dan biarkan larutan selama 24 jam sebelum digunakan.

9.12.5.2 Hidrazin sulfat 0,015%, larutkan 0,150 gram hidrazin sulfat ke dalam 1 liter akuades.

9.12.5.3 Larutan kalium hidroksida 50%-b, larutkan 50 gram KOH ke dalam 50 gram akuades dan dinginkan hingga temperatur kamar (lihat catatan peringatan).

9.12.5.4 Larutan fosfat standar.

9.12.5.4.1 Larutan standar untuk stok, larutkan 1,096 7 gram KH_2PO_4 kering (reagen 7) ke dalam sejumlah akuades, pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 250 ml dan encerkan dengan akuades hingga ke garis batas takarnya, kemudian campurkan baik-baik. Larutan ini mengandung fosfor 1 mg/ml.

9.12.5.4.2 Larutan standar untuk kerja, pipet 5 ml larutan standar untuk stok dan kucurkan ke dalam labu takar 500 ml. Encerkan hingga ke garis batas-takar dengan akuades dan campurkan baik-baik. Larutan ini mengandung fosfor 0,01 mg/ml.

9.12.6 Prosedur analisis

9.12.6.1 Timbang 3,0 g sampai $(3,2 \pm 0,001)$ g percontoh ester alkil ke dalam krus Vycor. Tambahkan 0,5 g seng oksida (ZnO).

9.12.6.2 Panaskan secara perlahan pada pelat pemanas listrik sampai percontoh mengental. Tingkatkan pemanasan perlahan-lahan sampai massa sempurna menjadi arang.

9.12.6.3 Tempatkan krus di dalam oven/tungku *Muffle*/pemanas pada 550°C sampai 600°C dan biarkan selama 2 jam. Sesudah ini, keluarkan dari oven/tungku dan biarkan mendingin hingga temperatur kamar.

9.12.6.4 Tambahkan 5 ml akuades dan 5 ml HCl pekat kepada abu di dalam krus tersebut.

9.12.6.5 Tutup krus dengan kaca masir/arloji dan panaskan sampai mendidih perlahan selama 5 menit.

9.12.6.6 Saring larutan ke dalam labu takar 100 ml. Bilas sisi dalam kaca masir/arloji dan dinding dalam krus dengan kira-kira 5 ml akuades panas, dengan menggunakan botol pencuci dan pancaran air yang halus. Kemudian, bilas lagi krus dan kertas saring dengan 4 ml x 5 ml akuades panas.

9.12.6.7 Dinginkan larutan hingga temperatur kamar dan netralkan sampai agak keruh dengan penambahan tetes demi tetes larutan KOH 50%. Tambahkan tetes demi tetes HCl pekat agar seng oksida tepat melarut dan kemudian tambahkan lagi 2 tetes HCl pekat. Encerkan larutan sampai ke garis batas-takar dan campurkan baik-baik.

9.12.6.8 Pipet 10 ml larutan dari labu takar ke dalam labu takar 50 ml (lihat catatan no.9.12.9.1).

9.12.6.9 Tambahkan berturut-turut 8,0 ml larutan hidrazin sulfat dan 2,0 ml larutan natrium molibdat.

9.12.6.10 Tutup labu takar, jungkirkan 3 atau 4 kali. Longgarkan tutupnya dan panaskan selama $(10 \pm 0,5)$ menit di dalam bak air yang mendidih kuat.

9.12.6.11 Singkirkan labu dari bak air mendidih, dinginkan sampai $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ dalam bak air dingin. Sesudahnya, encerkan dengan akuades sampai garis batas-takar dan campurkan baik-baik (lihat catatan no. 9.12.9.2).

9.12.6.12 Isikan larutan ke dalam kuvet yang bersih dan kering. Kemudian ukur absorbansinya pada 650 nm. Sebelumnya, spektrofotometer harus diset pada pembacaan 0% absorbansi (100% transmitansi) untuk kuvet berisi akuades (lihat catatan no. 9.12.9.1).

9.12.6.13 Siapkan reagen blangko dengan mengikuti prosedur no. 9.12.6.1 sampai dengan 9.12.6.12 tetapi tanpa ada percontoh ester alkil.

9.12.6.14 Ukur kadar fosfor larutan percontoh dan larutan blangko via perbandingan dengan kurva standar yang diperoleh sebagai berikut :

9.12.6.14.1 Pipet 0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 dan 10,0 ml larutan standar untuk kerja (larutan 9.12.5.4.2) ke dalam labu-labu takar 50 ml dan kemudian lakukan prosedur no. 9.12.6.9 sampai dengan no. 9.12.6.12. Catat absorbansinya sebagai respons terhadap 0,0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 dan 0,1 mg fosfor.

9.12.6.14.2 Plot absorbansi tiap standar ini terhadap kadar fosfornya dalam miligram pada suatu kertas grafik berskala linier.

9.12.7 Perhitungan

$$\text{Kadar fosfor (\%-b)} = \frac{10(A-B)}{W - d_a}$$

Keterangan:

- A adalah kadar fosfor di dalam kuvet percontoh yang dianalisis (mg);
- B adalah kadar fosfor di dalam kuvet berisi larutan blangko (mg);
- W adalah berat percontoh (g);
- V adalah volume larutan yang dipipet pada prosedur 9.12.6.8 (ml).

9.12.8 Catatan peringatan

Asam klorida (HCl) pekat adalah asam kuat dan akan menyebabkan kulit terbakar. Uapnya menyebabkan peracunan jika terhirup dan terhisap serta menimbulkan iritasi kuat pada mata dan kulit. Jas dan sarung tangan pelindung harus dipakai ketika bekerja dengan asam ini. Penanganannya disarankan dilakukan dalam lemari asam yang beroperasi dengan benar. Pada pengenceran, asam yang harus selalu ditambahkan ke air/akuades dan bukan sebaliknya.

Kalium hidroksida (KOH), seperti alkali-alkali lainnya, dapat membakar parah kulit, mata dan saluran pernafasan. Kenakan sarung tangan karet tebal dan pelindung muka untuk menangkal bahaya larutan alkali pekat. Gunakan peralatan penyingkir asap atau topeng gas untuk melindungi saluran pernafasan dari uap atau debu alkali. Pada waktu bekerja dengan bahan-bahan sangat basa seperti kalium hidroksida, tambahkan selalu pelet-pelet basa ke air/akuades dan bukan sebaliknya. Alkali bereaksi sangat eksoterm jika dicampur dengan air; persiapkan sarana untuk mengurung larutan basa kuat jika bejana pencampur sewaktu-waktu pecah/retak atau bocor akibat besarnya kalor pelarutan yang dilepaskan.

Asam sulfat adalah asam kuat dan akan membakar parah kulit. Kenakan jas dan sarung tangan pelindung jika bekerja dengan asam ini. Karena merupakan oksidator kuat, asam sulfat tidak boleh disimpan di dekat bahan-bahan organik. Pencampurannya dengan air harus dilakukan dengan sangat hati-hati karena pelepasan kalor yang besar dapat membangkitkan cipratan yang eksplosif. Selalu tambahkan asam sulfat ke dalam air/akuades dan bukan sebaliknya.

Hidrazin sulfat dapat menyebabkan iritasi mata, kulit dan membran tenggorokan serta kerusakan liver dan ginjal. Senyawa ini diketahui karsinogen bagi binatang-binatang percobaan laboratorium dan mengakibatkan tumor-tumor liver dan paru-paru pada tikus, sehingga dicurigai karsinogen pula bagi manusia. Kesiagaan dalam menangani zat ini mencakup penggunaan sarung tangan, pelindung mata dan saluran pernafasan. Hindari penghirupan debu atau serbuknya. Buang bahan dan larutan bekasnya secara layak dan aman sesuai prosedur lingkungan, kesehatan dan keselamatan kerja.

9.12.9 Catatan bernomor

Jika absorbansi dari larutan berwarna yang diukur pada prosedur no. 9.12.6.12 ternyata terlalu tinggi ($>0,9$ atau 90%), pipet sejumlah larutan yang lebih kecil dari yang dinyatakan dalam prosedur no. 9.12.6.12 (misalnya saja 2,0 ml), encerkan hingga 10 ml dengan penambahan akuades via pipet tipe Mohr dan lanjutkan seperti diuraikan prosedur no. 9.12.6.9 sampai dengan no. 9.12.6.12.

9.12.9.1 Contoh-contoh yang berkadar fosfor tinggi masih bisa memberikan absorbansi $>0,9$ (atau 90%). Jika hal ini ditemui, pipet 10 ml larutan percontoh yang dibuat dengan prosedur no. 9.12.6.7 ke dalam labu takar 100 ml dan encerkan sampai ke garis batas-takarnya dengan akuades. Laksanakan urutan pengembangan warna yang diuraikan dalam prosedur no. 9.12.6.8 sampai dengan 9.12.6.12 dengan percontoh terpipet yang sesuai dan diencerkan sampai 10 ml dengan akuades. Kalikan kadar fosfor yang diperoleh dengan persamaan pada no. 9.12.7 dengan faktor pengenceran (10 jika mengikuti prosedur yang diuraikan pada paragraf ini).

9.12.9.2 Selang waktu antara pengembangan warna dalam prosedur no. 9.12.6.11 dan pengukuran absorbansi dalam prosedur no. 9.12.6.12 tidak boleh terlalu lama.

9.13 Metode penentuan angka asam

9.13.1 Definisi

Angka asam adalah jumlah miligram KOH yang diperlukan untuk menetralsir asam bebas dalam 1 g percontoh. Untuk percontoh yang mengandung asam bebas terdiri dari asam lemak, angka asam dapat secara langsung diubah dengan faktor yang sesuai untuk persen asam lemak bebas.

9.13.2 Lingkup

Dapat digunakan untuk minyak mentah hewan dan produk kilangnya, minyak dan lemak tumbuh-tumbuhan dan *marine* serta berbagai produk turunan mereka.

9.13.3 Peralatan

Labu erlenmeyer 250 ml atau 300 ml.

9.13.4 Bahan kimia

9.13.4.1 KOH 0,1N yang distandarisasi secara akurat dan bebas karbonat. Tambahkan 6 g KOH grade *reagent* ke dalam 1 liter air di dalam labu erlenmeyer 2 liter, didihkan selama 10 menit sambil diaduk. Tambahkan 2 g barium hidroksida $[Ba(OH)_2]$, didihkan 5 menit sampai 10 menit, dinginkan dan biarkan selama beberapa jam. Saring melalui *sintered glass* dan simpan dalam botol yang tahan terhadap alkali, lindungi dari gas CO_2 . Larutan distandarisasi

melalui titrasi dengan asam Kalium *phthalatgrade* standar primer dengan indikator *phenolphthalein*.

9.13.4.2 Campuran pelarut terdiri dari isopropil alkohol dan toluena dengan perbandingan volume yang sama.

PERHATIAN Campuran harus memberikan perbedaan dan titik akhir yang tajam dengan *phenolphthalein* pada titrasi.

9.13.4.3 Larutan indikator *phenolphthalein*.

9.13.5 Prosedur

9.13.5.1 Tambahkan larutan indikator ke dalam pelarut dalam jumlah yang diperlukan dengan rasio 2 ml untuk 125 ml dan netralkan dengan alkali hingga terbentuk warna pink yang tipis tetapi permanen.

9.13.5.2 Tentukan ukuran percontoh sesuai dengan Tabel 10.

Tabel 11 - Ukuran percontoh pengujian

Angka asam	Berat percontoh ($\pm 10\%$, g)	Akurasi penimbangan (\pm g)
0 - 1	20	0,05
1 - 4	10	0,02
4 - 15	2,5	0,01
15 - 75	0,5	0,001
75 dst	0,1	0,000 2

9.13.5.3 Timbang dalam jumlah tertentu percontoh cairan yang dikocok dengan baik, ke dalam labu erlenmeyer.

9.13.5.4 Tambahkan 125 ml campuran pelarut yang dinetralkan. Yakinkan bahwa percontoh larut sempurna sebelum titrasi. Untuk kasus tertentu, panaskan jika diperlukan.

9.13.5.5 Goyangkan percontoh dengan kuat pada saat titrasi dengan standar alkali hingga terbentuk warna pink pertama kali dengan intensitas yang sama seperti pelarut yang dinetralkan sebelum ditambahkan ke percontoh. Warna harus bertahan selama 30 detik.

9.13.6 Perhitungan

$$\text{Angka asam (mg KOH/g percontoh)} = \frac{(A - B) \cdot N}{W}$$

Keterangan:

- A adalah ml alkali standar yang digunakan dalam titrasi;
- B adalah ml alkali standar yang digunakan dalam titrasi blanko;
- N adalah normalitas alkali standar;
- W adalah g percontoh.

Bila dinyatakan dalam istilah asam lemak bebas sebagai % oleat, laurat, atau palmitat, angka asam dibagi berturut-turut dengan 1,99; 2,81; atau 2,19.

9.13.7 Presisi

Penentuan tunggal dari dua laboratorium berbeda, dapat berbeda tidak lebih dari 0,22 untuk nilai kurang dari 4 dan tidak lebih dari 0,36 untuk nilai dalam rentang 4 sampai 20.

9.13.8 Prosedur alternatif untuk percontoh berwarna pekat

9.13.8.1 Peralatan

9.13.8.1.1 Elektroda gelas, pH meter elektroda kalomel untuk titrasi elektrometrik. Elektroda kalomel jenis lengan dapat digunakan.

9.13.8.1.2 Pengaduk mekanik dengan kecepatan yang bervariasi, dengan pengaduk gelas.

9.13.8.1.3 Buret 10 ml, dibagi dalam 0,05 ml.

9.13.8.1.4 Beker 250 ml.

9.13.8.1.5 Stand elektroda, pengaduk dan buret.

9.13.8.2 Bahan kimia

Sama seperti prosedur titrimetrik *phenolphthalein*, kecuali bahwa alkali standar harus distandarisasi dengan titrasi elektrometrik asam kalium *phthalat* murni dan tidak ada larutan indikator yang diperlukan.

9.13.8.3 Prosedur

9.13.8.3.1 Tentukan ukuran percontoh dari prosedur 9.13.5.2 dan timbang percontoh ke dalam beker 250 ml.

9.13.8.3.2 Tambahkan 125 ml campuran pelarut.

9.13.8.3.3 Letakkan beker pada alat titrasi agar elektroda setengah tenggelam. Pengadukan dimulai dan operasikan pada kecepatan yang akan memberikan agitasi kuat tanpa tumpah/muncrat. Benamkan ujung buret hingga 1 cm di bawah permukaan percontoh.

9.13.8.3.4 Titrasi dengan penambahan alkali yang sesuai. Setelah penambahan masing-masing alkali, tunggu hingga pembacaan meter konstan (biasanya dalam 2 menit), kemudian catat pembacaan meter dan buret secara grafik. Batasi penambahan alkali agar perubahan pembacaan meter adalah 0,5 unit pH (0,03 volt) atau kurang; bila terjadi infleksi pada kurva titrasi, tambahkan alkali 0,05 ml.

9.13.8.3.5 Pindahkan larutan peniter, bilas elektroda dengan campuran pelarut (isopropil alkohol dan toluena) dalam air distilasi.

9.13.8.3.6 Lakukan titrasi blanko menggunakan 125 ml campuran pelarut.

9.13.8.4 Perhitungan

$$\text{Angka asam (mg KOH/g percontoh)} = \frac{(A - B) \times N \times 56,1}{W}$$

Keterangan :

A adalah ml alkali standar yang digunakan dalam titrasi untuk pertengahan infleksi pada kurva titrasi percontoh;

- B adalah ml alkali standar yang digunakan dalam titrasi hingga pembacaan pH meter yang sama untuk blanko;
 N adalah normalitas alkali standar;
 W adalah g percontoh.

Untuk pernyataan asam lemak bebas sebagai % oleat, laurat atau palmitat, angka asam dibagi berturut-turut dengan 1,99; 2,81; atau 2,19.

PERHATIAN Isopropil alkohol dapat menyala dan beresiko terjadinya bahaya kebakaran. Batas eksplosif di udara 2% sampai 12%. Bahan ini beracun bila tertelan dan terhirup. Toluena mudah menyala dan beresiko terjadinya bahaya kebakaran. Batas eksplosif di udara adalah 1,27% sampai 7%. Bahan ini beracun bila tertelan, terhirup dan diserap kulit. TLV adalah 100×10^{-6} di udara. Lemari asam harus digunakan pada setiap kali menggunakan toluena.

9.13.9 Beberapa catatan

9.13.9.1 Larutan standar kalium hidroksida metanolik (0,1N) dapat digunakan sebagai titran alternatif pengganti larutan standar berair. Kalium hidroksida metanolik dilaporkan memberikan sistem pelarut kompleks, mempunyai perbedaan, titik akhir yang jelas.

9.13.9.2 pH meter harus distandarisasi hingga pH 4,0 dengan larutan buffer standar. Sesaat sebelum menggunakan, bersihkan elektroda dengan kain bersih atau tissue dan rendam beberapa menit dalam air distilat. Pada interval mingguan, atau lebih sering jika perlu, bersihkan elektroda gelas dalam larutan pembersih yang sesuai. Juga menguras elektroda kalomel dan isi ulang dengan elektrolit kalium klorida (KCl) pada interval mingguan. Kedua elektroda harus disimpan di dalam air distilat bila tidak digunakan.

9.14 Metode penentuan gliserol total, gliserol bebas dan gliserol terikat

9.14.1 Ruang lingkup

Metoda ini digunakan untuk menentukan kadar gliserol total, bebas dan terikat di dalam ester alkyl dengan batas tertinggi 0,25% berat untuk gliserol total dan 0,025% berat untuk gliserol bebas.

9.14.2 Prinsip

Asam periodat berlebih bereaksi dengan gliserol membentuk senyawa asam format, formaldehid, ion IO_3^- dan sisa IO_4^- . Kemudian ion IO_3^- dan IO_4^- sisa bereaksi dengan KI membentuk senyawa I_2 yang berwarna coklat. I_2 yang terbentuk kemudian dititrasi dengan natrium tiosulfat membentuk senyawa I^- . Saat senyawa I_2 habis bereaksi dengan natrium tiosulfat, terjadi perubahan warna indikator pati dari biru menjadi tidak berwarna. Jumlah IO_4^- awal diketahui dengan menitrasi blanko. Perbedaan jumlah antara jumlah titran untuk blanko dan titran ekuivalen dengan jumlah gliserol dalam sample.

Gliserol bebas ditentukan langsung pada percontoh yang dianalisis, gliserol total setelah contohnya disaponifikasi, dan gliserol terikat dari selisih antara gliserol total dengan gliserol bebas.

9.14.3 Peralatan

Buret 50 ml, telah dikalibrasi dengan baik.

9.14.3.1 Pembesar meniskus yang memungkinkan pembacaan buret sampai skala 0,01 ml.

9.14.3.2 Labu takar 1 liter bertutup gelas.

9.14.3.3 Pipet-pipet volumetrik 5, 10 dan 100 ml yang sudah dikalibrasi dengan baik.

9.14.3.4 Gelas-gelas piala 400 ml, masing-masing dengan kaca arloji/masir untuk penutupnya.

9.14.3.5 Motor listrik berputaran variabel untuk pengadukan, dengan batang pengaduk gelas.

9.14.3.6 Gelas-gelas ukur 100 dan 1 000 ml.

9.14.3.7 Labu-labu erlenmeyer 250 dan 300 ml, serta kondensor berpendingin udara dengan panjang 65 cm. Labu-labu dan kondensor harus memiliki sambungan asah N/S 24/40.

9.14.4 Bahan

9.14.4.1 Larutan periodat

9.14.4.1.1 Larutkan 5,4 ml asam periodat ($\text{HIO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ke dalam 100 ml air akuades dan kemudian tambahkan 1 900 ml asam asetat glacial, campurkan baik-baik.

9.14.4.1.2 Simpan larutan di dalam botol bertutup gelas yang berwarna gelap atau, jika botol berwarna terang, taruh di tempat gelap.

CATATAN 1 Hanya botol bertutup gelas yang boleh dipakai. Tutup gabus atas karet sama sekali tidak boleh dipergunakan.

CATATAN 2 Asam periodat adalah oksidator dan berbahaya jika berkontidak dengan bahan-bahan organik. Zat ini menimbulkan iritasi kuat dan terdekomposisi pada 130°C . Jangan gunakan tutup gabus atau karet pada botol-botol penyimpannya.

CATATAN 3 Asam asetat murni (glasial) adalah zat yang cukup toksik jika terhisap atau terminum. Zat ini menimbulkan iritasi kuat pada kulit dan jaringan tubuh. Angka ambang kehadirannya di udara tempat kerja adalah 10 ppm-v.

9.14.4.2 Larutan baku kalium dikromat.

9.14.4.2.1 Timbang 4,903 5 g larutan kalium dikromat kering dan tergerus.

9.14.4.2.2 larutkan ke dalam akuades di dalam labu takar 1 l, kemudian encerkan sampai garis batas sampai garis batas-takar pada 25°C .

9.14.4.3 Asam klorida (HCl) – mutu reagen, pekat, berat jenis 1,19.

CATATAN Asam klorida (HCl) pekat adalah asam kuat dan akan menyebabkan kulit terbakar. Uapnya menyebabkan peracunan jika terhirup dan terhisap serta menimbulkan iritasi kuat pada mata dan kulit. Jas dan sarung tangan pelindung harus dipakai ketika bekerja dengan asam ini. Penanganannya disarankan dilakukan dalam lemari asam yang beroperasi dengan benar. Pada pengenceran, asam harus selalu yang ditambahkan ke air/akuades dan bukan sebaliknya.

9.14.4.4 Larutan indikator pati.

9.14.4.4.1 Buat pasta homogen 10 g pati larut di dalam akuades dingin.

9.14.4.4.2 Tambahkan pasta ini ke 1 liter akudes yang sedang mendidih kuat, aduk cepat-cepat selama beberapa detik dan kemudian dinginkan.

9.14.4.4.3 Asam salisilat (1,25 g/l) boleh dibubuhkan untuk mengawetkan patinya.

9.14.4.4.4 Uji kepekaan larutan pati.

9.14.4.4.4.1 Buat larutan khlor dengan cara mengencerkan 1 ml larutan natrium hipokhlorit [NaOCl] 5%-b, yang tersedia di perdagangan, menjadi 1 000 ml.

9.14.4.4.4.2 Masukkan 5 ml larutan pati ke dalam 100 ml akuades.

9.14.4.4.4.3 Tambahkan 0,05 ml larutan 0,1 N KI yang masih segar (baru dibuat) dan satu tetes larutan klor.

9.14.4.4.4.4 Larutan harus menjadi berwarna biru pekat dan bisa dilunturkan dengan penambahan 0,05 ml larutan natrium tiosulfat 0,1 N.

CATATAN 1 Yang disarankan untuk digunakan adalah "pati kentang untuk iodometri", karena pati ini menimbulkan warna biru pekat jika berada bersama ion idonium. "Pati larut" saja tidak disarankan karena bisa tidak membangkitkan warna biru pekat yang konsisten ketika berkontak dengan ion idonium. Reagen-reagen berikut diketahui cocok: "Soluble starch for iodometry", Fisher S516-100; "Soluble potato starch", Sigma S-2630; "Soluble potato starch for iodometry", J.T. Baker 4006-04.

CATATAN 2 Jika sedang tidak digunakan, larutan pati harus disimpan di dalam ruang bertemperatur 4°C sampai 10°C.

9.14.4.5 Larutan natrium tiosulfat 0,01 N

9.14.4.5.1 Larutkan 2,48 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ke dalam akuades dan kemudian diencerkan sampai 1 liter.

9.14.4.5.2 Standarisasi larutan natrium tiosulfat.

9.14.4.5.2.1 Pipet 5 ml larutan kalium dikromat standar (lihat no. 9.14.4.2) ke dalam gelas piala 400 ml.

9.14.4.5.2.2 Tambahkan 1 ml HCl pekat, 2 ml larutan KI (lihat no. 9.14.4.6) dan aduk baik-baik dengan batang pengaduk atau pengaduk magnetik.

9.14.4.5.2.3 Kemudian, biarkan tidak teraduk selama 5 menit dan selanjutnya tambahkan 100 ml akuades.

9.14.4.5.2.4 Titrasi dengan larutan natrium tiosulfat sambil terus diaduk, sampai warna kuning hampir hilang.

9.14.4.5.2.5 Tambahkan 1 ml sampai 2 ml larutan pati dan teruskan titrasi perlahan-lahan sampai warna biru persis sirna.

9.14.4.5.2.6 Hitung normalitas larutan natrium tiosulfat dengan persamaan berikut.

$$\text{Normalitas larutan } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times N_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}}$$

Keterangan :

$V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ adalah volume kalium dikromat (ml);

$N_{K_2Cr_2O_7}$ adalah normalitas kalium dikromat (N);

$V_{Na_2S_2O_3}$ adalah volume natrium tiosulfat yang digunakan untuk menitrasi (ml).

9.14.4.6 Larutan kalium iodida (KI).

9.14.4.6.1 Timbang 150 g kalium iodida.

9.14.4.6.2 Larutkan ke dalam aquades, disusul dengan pengenceran hingga bervolume 1 liter.

CATATAN Larutan ini tidak boleh terkena cahaya.

9.14.4.7 Kloroform ($CHCl_3$) – mutu reagen.

CATATAN 1 Uji blanko dengan asam periodat dengan dan tanpa khloroform harus tidak berbeda lebih dari 0,5 ml; jika tidak, khloroform harus diganti dengan pasokan baru.

CATATAN 2 Kloroform diketahui bersifat karsinogen. Zat ini toksik jika terhisap dan memiliki daya bius. Cegah jangan sampai khloroform berkontak dengan kulit. Manusia yang sengaja atau tidak sengaja menghisap atau meneguknya secara berkepanjangan dapat mengalami kerusakan lever dan ginjal yang fatal. Zat ini tidak mudah menyala, tetapi akan terbakar juga bila terus-terusan terkena nyala api atau berada pada temperatur tinggi, serta menghasilkan fosgen (bahan kimia berbahaya) jika terpanaskan sampai temperatur dekomposisinya. Khloroform dapat bereaksi eksplosif dengan aluminium, kalium, litium, magnesium, natrium, disilan, N_2O_4 , dan campuran natrium hidroksida dengan metanol. Angka ambang kehadirannya di udara tempat kerja adalah (10×10^{-6}) volume. Karena ini, penanganannya harus dilakukan di dalam lemari asam.

9.14.4.8 Larutan KOH alkoholik.

9.14.4.8.1 Larutkan 40 g KOH dalam 1 liter etanol 95%-v.

9.14.4.8.2 Jika larutan agak keruh, saring larutan sebelum digunakan.

9.14.5 Prosedur

9.14.5.1 Gliserol total

9.14.5.1.1 Timbang 9,9 g sampai $(10,1 \pm 0,01)$ g percontoh ke dalam sebuah labu erlenmeyer.

9.14.5.1.2 Tambahkan 100 ml larutan KOH alkoholik, sambungkan labu dengan kondensor berpendingin udara dan didihkan isi labu perlahan selama 30 menit untuk mensaponifikasi ester-ester.

9.14.5.1.3 Tambahkan $(91 \pm 0,2)$ ml kloroform (lihat catatan peringatan) dari sebuah buret ke dalam labu takar 1 liter. Kemudian tambahkan 25 ml asam asetat glasial (lihat catatan no. 3 di no 9.14.4.1) dengan menggunakan gelas ukur.

9.14.5.1.4 Singkirkan labu saponifikasi dari pelat pemanas atau bak kukus, bilas dinding dalam kondensor dengan sedikit akuades. Lepaskan kondensor dan pindahkan isi labu saponifikasi secara kuantitatif ke dalam labu takar pada no. 03 dengan menggunakan 500 ml akuades sebagai pembilas.

9.14.5.1.5 Tutup rapat labu takar dan kocok isinya kuat-kuat selama 30 detik sampai 60 detik.

9.14.5.1.6 Tambahkan akuades sampai ke garis batas takar, tutup lagi labu rapat-rapat dan campurkan baik-baik isinya dengan membolak-balikkan dan sesudah tercampur sempurna, biarkan tenang sampai lapisan khloroform dan lapisan akuatik memisah sempurna.

9.14.5.1.7 Pipet masing-masing 6 ml larutan asam periodat ke dalam 2 atau 3 gelas piala 400 ml sampai 500 ml dan siapkan dua blanko dengan mengisi masing-masing 50 ml akuades ditambah 6 ml larutan asam periodat.

9.14.5.1.8 Pipet 100 ml lapisan akuatik yang diperoleh dalam langkah no. 9.14.5.1.6 ke dalam gelas piala berisi larutan asam periodat dan kemudian kocok gelas piala ini perlahan supaya isinya tercampur baik. Sesudahnya, tutup gelas piala dengan kaca arloji/masir dan biarkan selama 30 menit. Jika lapisan akuatik termaksud mengandung bahan tersuspensi, saring dahulu sebelum pemipetan dilakukan. Jangan tempatkan campuran ini di bawah cahaya terang atau terpaan langsung sinar matahari.

9.14.5.1.9 Tambahkan 3 ml larutan KI, campurkan dengan pengocokan perlahan dan kemudian biarkan selama sekitar 1 menit (tetapi tidak boleh lebih dari 5 menit) sebelum dititrasi. Jangan tempatkan gelas piala yang isinya akan dititrasi ini di bawah cahaya terang atau terpaan langsung sinar matahari.

9.14.5.1.10 Titrasi isi gelas piala dengan larutan natrium tiosulfat yang sudah distandarkan (diketahui normalitasnya). Teruskan titrasi sampai warna coklat iodium hampir hilang. Setelah ini tercapai, tambahkan 2 ml larutan indikator pati dan teruskan titrasi sampai warna biru kompleks iodium – pati persis sirna.

9.14.5.1.11 Baca buret titran sampai ke ketelitian 0,01 ml dengan bantuan pembesar meniscus.

9.14.5.1.12 Ulangi langkah 9.14.5.1.8 sampai dengan 9.14.5.1.11 untuk mendapatkan data duplo dan (jika mungkin) triplo.

9.14.5.1.13 Lakukan analisis blanko dengan menerapkan langkah 9.14.5.1.9 sampai dengan 9.14.5.1.11 pada dua gelas piala berisi larutan blanko tersebut pada langkah 9.14.5.1.7.

CATATAN Pada temperatur kamar, tenggang waktu antara penyiapan contoh-contoh (langkah h) dan penitrasian (langkah j) tidak boleh lebih dari 1,5 jam.

9.14.5.2 Gliserol bebas

9.14.5.2.1 Timbang 9,9 g sampai $(10,1 \pm 0,01)$ g percontoh dalam sebuah botol timbang.

9.14.5.2.2 Bilas percontoh ini ke dalam labu takar 1 liter dengan menggunakan $(91 \pm 0,2)$ ml kloroform (lihat catatan peringatan) yang diukur dengan buret.

Tambahkan kira-kira 500 ml akuades, tutup rapat labu dan kemudian kocok kuat-kuat selama 30 detik sampai 60 detik.

9.14.5.2.3 Tambahkan akuades sampai ke garis batas takar, tutup lagi labu rapat-rapat dan campurkan baik-baik isinya dengan membolak-balikkan dan, sesudah dipandang tercampur intim, biarkan tenang sampai lapisan khloroform dan lapisan akuatik memisah sempurna.

9.14.5.2.4 Pipet masing-masing 2 ml larutan asam periodat ke dalam 2 atau 3 gelas piala 400 ml sampai 500 ml dan siapkan dua blanko dengan mengisi masing-masing dengan 100 ml akuades ditambah 2 ml larutan asam periodat.

9.14.5.2.5 Pipet 300 ml lapisan akuatik yang diperoleh dalam langkah 9.14.5.2.4 ke dalam gelas piala berisi larutan asam periodat dan kemudian kocok gelas piala ini perlahan supaya isinya tercampur baik. Sesudahnya, tutup gelas piala dengan kaca arloji/masir dan biarkan selama 30 menit. Jika lapisan akuatik termaksud mengandung bahan tersuspensi, saring dahulu sebelum pemipetan dilakukan. Jangan tempatkan campuran ini di bawah cahaya terang atau terpaan langsung sinar matahari.

9.14.5.2.6 Tambahkan 2 ml larutan KI, campurkan dengan pengocokan perlahan dan kemudian biarkan selama sekitar 1 menit (tetapi tidak boleh lebih dari 5 menit) sebelum dititrasi. Jangan tempatkan gelas piala yang isinya akan dititrasi ini di bawah cahaya terang atau terpaan langsung sinar matahari.

9.14.5.2.7 Titrasi isi gelas piala dengan larutan natrium tiosulfat yang sudah distandarkan (diketahui normalitasnya). Teruskan titrasi sampai warna coklat iodium hampir hilang. Setelah ini tercapai, tambahkan 2 ml larutan indikator pati dan teruskan titrasi sampai warna biru kompleks iodium – pati persis sirna.

9.14.5.2.8 Baca buret titran sampai ke ketelitian 0,01 ml dengan bantuan pembesar meniskus.

9.14.5.2.9 Ulangi langkah 9.14.5.2.6 sampai dengan 9.14.5.2.9 untuk mendapatkan data duplo dan (jika mungkin) triplo.

9.14.5.2.10 Lakukan analisis blanko dengan menerapkan langkah 9.14.5.2.7 sampai dengan 9.14.5.2.9 pada dua gelas piala berisi larutan blanko tersebut pada 9.14.5.2.5.

CATATAN Pada temperatur kamar, tenggang waktu antara penyiapan percontoh-percontoh (langkah 9.14.5.2.6) dan penitrasianya (langkah 9.14.5.2.8) tidak boleh lebih dari 1,5 jam.

9.14.6 Perhitungan

9.14.6.1 Kadar gliserol total

Hitung kadar gliserol total (G_{tl} , %-b) dengan rumus:

$$G_{\text{tl}} (\text{\%-b}) = \frac{2,302(B - C)N}{W}$$

Keterangan :

- C adalah volume larutan natrium tiosulfat yang habis dalam titrasi percontoh (ml);
- B adalah volume larutan natrium tiosulfat yang habis dalam titrasi blangko (ml);
- N adalah normalitas eksak larutan natrium tiosulfat (N).

$$W = \frac{\text{berat percontoh}^a \times \text{ml percontoh}^b}{900}$$

Keterangan :

^aDari prosedur untuk total gliserol, (a)

^bDari prosedur untuk total gliserol, (h)

9.14.6.2 Kadar gliserol bebas

Kadar gliserol bebas (G_{bbs} , %-b) dihitung dengan rumus yang serupa dengan di atas, tetapi menggunakan nilai-nilai yang diperoleh pada pelaksanaan prosedur analisis kadar gliserol bebas.

9.14.6.3 Kadar gliserol terikat

Kadar gliserol terikat (G_{ikt} , %-b) adalah selisih antara kadar gliserol total dengan kadar gliserol bebas : $G_{ikt} = G_{ttl} - G_{bbs}$.

9.14.7 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

9.14.7.1 Jaminan mutu

9.14.7.1.1 Gunakan bahan kimia berderajat pro analisis (p.a).

9.14.7.1.2 Gunakan alat gelas bebas kontaminan.

9.14.7.1.3 Gunakan alat gelas yang terkalibrasi.

9.14.7.1.4 Gunakan air suling untuk pembuatan semua pereaksi dan larutan kerja.

9.14.7.1.5 Dikerjakan oleh analis/penguji yang kompeten.

9.14.7.1.6 Lakukan uji dalam jangka waktu tidak melampaui waktu penyimpanan.

9.14.7.2 Pengendalian mutu

9.14.7.2.1 Perbandingan volume titran untuk percontoh dengan volume titran untuk blangko harus lebih dari 0,75. Apabila kurang dari 0,75 maka biodiesel tidak memenuhi standar biodiesel Indonesia.

9.14.7.2.2 Perbedaan hasil analisis harus memenuhi syarat seperti tertera pada tabel 11 berikut ini.

Tabel 12 - Variasi yang diharapkan dalam hasil analisis untuk batas 95% kepercayaan

	Gliserol total dan terikat pada tingkat	Gliserol bebas pada tingkat
	0,20	0,05
Perbedaan hasil duplo yang dilakukan pada hari yang sama oleh satu analis tidak boleh ada perbedaan sebesar	0,10	0,01
Perbedaan hasil pada penentuan tunggal oleh dua laboratorium yang berbeda tidak boleh lebih dari	0,17	0,03
Perbedaan rata-rata hasil duplo yang dilakukan oleh dua laboratorium yang berbeda tidak boleh lebih dari	0,14	0,03

9.15 Metode penentuan kadar ester metil

9.15.8 Definisi

Metode analisis standar ini menguraikan prosedur untuk menentukan angka penyabunan biodiesel ester alkil dengan proses titrimetri. Angka penyabunan adalah banyak miligram KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 g percontoh. Melalui kombinasi dengan hasil-hasil analisis angka asam (lihat bagian 9.13) dan gliserol total (lihat bagian 9.14), angka penyabunan yang diperoleh dengan metode standar ini dapat dipergunakan untuk menentukan kadar ester di dalam biodiesel ester alkil.

9.15.9 Lingkup

Dapat diterapkan untuk biodiesel yang berupa ester alkil (metil, etil, isopropil, dan sejenisnya) dari asam-asam lemak serta berwarna pucat.

9.15.10 Peralatan

9.15.3.1 Labu-labu erlenmeyer tahan alkali (basa) – 250 ml atau 300 ml, masing-masing berleher sambungan asah N/S 24/40.

9.15.3.2 Kondensor berpendingin udara berpanjang minimum 65 cm dan ujung bawahnya bersambungan asah N/S 24/40 hingga cocok dengan labu erlenmeyer.

9.15.3.3 Bak pemanas air atau pelat pemanas yang temperatur atau laju pemanasannya dapat dikendalikan.

9.15.3.4 Labu distilasi 2 liter yang mulutnya berupa sambungan asah N/S 24/40 dan lengkap dengan kondensor berpendingin air, untuk merefluks dan mendistilasi etanol 95%-v seperti ditunjukkan pada 9.15.4.2 dalam bagian "Reagen-reagen".

9.15.11 Reagen-reagen

9.15.4.1 Asam klorida 0,5 N yang sudah terstandarkan (normalitas eksaknya diketahui).

9.15.4.2 Larutan kalium hidroksida (lihat catatan peringatan) di dalam etanol 95%-v. Refluks campuran 1,2 liter etanol 95%-v (lihat catatan peringatan) dengan 10 g KOH dan 6 gram pelet aluminium (atau aluminium foil) selama 1 jam dan kemudian langsung distilasikan. Buang 50 ml distilat awal dan selanjutnya tampung 1 liter alkohol distilat berikutnya dalam wadah bersih bertutup gelas. Larutkan 40 g KOH berkarbonat rendah ke dalam 1 liter alkohol distilat tersebut sambil didinginkan (sebaiknya di bawah 15°C); biarkan selama 5 hari untuk mengendapkan pengotor-pengotor dan kemudian dekantasikan larutan jernihnya ke dalam botol gelas coklat bertutup karet.

9.15.4.3 Larutan indikator fenolftalein. Larutkan 10 g fenolftalein dilarutkan ke dalam 1 liter etanol 95%-v.

9.15.12 Prosedur analisis

9.15.5.1 Timbang 4 g sampai (5±0,005) g percontoh ke dalam sebuah labu erlenmeyer 250 ml. Tambahkan 50 ml larutan KOH alkoholik dengan pipet yang dibiarkan terkosongkan secara alami.

9.15.5.2 Siapkan dan lakukan analisis blanko secara serempak dengan analisis percontoh. Langkah-langkah analisisnya persis sama dengan 9.15.5. "Prosedur analisis", tetapi tidak mengikutsertakan percontoh.

9.15.5.3 Sambungkan labu erlenmeyer dengan kondensor berpendingin udara dan didihkan perlahan tetapi mantap, sampai percontoh tersambungkan secara sempurna. Umumnya diperlukan waktu sekitar satu jam. Larutan yang diperoleh pada akhir penyabunan harus jernih dan homogen; jika tidak, perpanjang waktu penyabunannya.

9.15.5.4 Setelah labu dan kondensor cukup dingin (tetapi belum terlalu dingin hingga membentuk jeli), bilas dinding-dalam kondensor dengan sejumlah kecil akuades. Lepaskan kondensor dari labu, tambahkan 1 ml larutan indikator fenolftalein ke dalam labu, dan titrasi isi labu dengan HCl 0,5 N sampai warna merah jambu persis sirna. Catat volume asam klorida 0,5 N yang dihabiskan dalam titrasi.

9.15.13 Perhitungan

$$\text{Angka penyabunan (A}_s\text{)} = \frac{56,1(B - C)N}{m} \text{ mg KOH/g biodiesel}$$

Keterangan :

- B adalah volume HCl 0,5 N yang dihabiskan pada titrasi blanko (ml);
- C adalah volume HCl 0,5 N yang dihabiskan pada titrasi percontoh (ml);
- N adalah normalitas eksak larutan HCl 0,5 N;
- m adalah berat percontoh (gram).

Nilai angka penyabunan yang dilaporkan harus dibulatkan sampai dua desimal (dua angka di belakang koma).

Kadar ester biodiesel ester alkil selanjutnya dapat dihitung dengan rumus berikut :

$$\text{Kadar ester (\%-b)} = \frac{100(A_s - A_a - 18,27G_{\text{ttl}})}{A_s}$$

Keterangan :

- A_s adalah angka penyabunan yang diperoleh di atas (mg/g);
- A_a adalah angka asam, lihat bagian 9.13 (mg/g);
- G_{ttl} adalah kadar gliserin total dalam biodiesel, lihat bagian 9.14 (%-b).

9.15.14 Catatan peringatan

Kalium hidroksida (KOH) seperti alkali-alkali lainnya, dapat membakar parah kulit, mata dan saluran pernafasan. Kenakan sarung tangan karet tebal dan pelindung muka untuk menangkai bahaya larutan alkali pekat. Gunakan peralatan penyingkir asap atau topeng gas untuk melindungi saluran pernafasan dari uap atau debu alkali. Pada waktu bekerja dengan bahan-bahan sangat basa seperti kalium hidroksida, tambahkan selalu pelet-pelet basa ke air/akuades dan bukan sebaliknya. Alkali bereaksi sangat eksoterm jika dicampur dengan air, persiapkan sarana untuk mengurung larutan basa kuat jika bejana pencampur sewaktu-waktu pecah/retak atau bocor akibat besarnya kalor pelarutan yang dilepaskan. Etanol (etil alkohol) adalah mudah terbakar. Lakukan pemanasan atau penguapan pelarut ini di dalam lemari asam.

9.16 Metode penentuan angka iodium

9.16.1 Definisi

Angka iodium adalah ukuran empirik banyaknya ikatan rangkap dua di dalam (asam-asam lemak penyusun) biodiesel dan dinyatakan dalam sentigram iodium yang diabsorpsi per gram percontoh (% massa iodium terabsorpsi).

9.16.2 Lingkup

Dapat diterapkan untuk biodiesel yang berupa ester alkil (metil, etil, isopropil, dsj.) dari asam-asam lemak.

9.16.3 Peralatan

9.16.3.1 Labu iodium gelas bertutup ukuran 500 ml.

9.16.3.2 Labu volumetrik gelas bertutup ukuran 1 000 ml, untuk membuat larutan standar.

9.16.3.3 Pipet 25 ml, secara akurat mengeluarkan 25 ml larutan *Wijs*.

9.16.3.4 Dispenser volumetrik 20 ml, penyesuaian 1 ml untuk larutan KI 10%.

9.16.3.5 Dispenser volumetrik 2 – 5 ml, penyesuaian 1 ml untuk larutan kanji.

9.16.3.6 Dispenser volumetrik 50 ml, penyesuaian 1 ml untuk air distilat.

9.16.3.7 Pipet, pengulang, dengan labu pengisian 20 ml, untuk sikloheksana.

9.16.3.8 Timbangan analitik, akurasi hingga 0,000 1 g.

9.16.3.9 Pengaduk magnetik.

9.16.3.10 Kertas saring, *Whatman* no. 41H, atau yang sebanding.

9.16.3.11 Beker 50 ml.

9.16.3.12 Oven udara panas.

9.16.3.13 *Timer*.

9.16.4 Bahan kimia

9.16.4.1 Larutan *Wijs*.

9.16.4.2 Kalium iodida (KI), *grade reagen*.

9.16.4.3 Karbon tetraklorida, *grade reagen*, tidak adanya bahan-bahan yang dapat teroksidasi dalam reagen ini diverifikasi dengan goncangan (*shaking*) 10 ml reagen dengan 1 ml larutan jenuh kalium dikromat berair dan 2 ml asam sulfat pekat. Tidak tampak adanya warna hijau.

9.16.4.4 Larutan kanji yang baru dibuat, diuji sensitifitasnya. Buat pasta dengan melarutkan 1 g kanji dalam sejumlah kecil air distilat dingin. Tambah 100 ml air mendidih sambil diaduk.

Pengujian sensitifitas : tempatkan 5 ml larutan kanji dalam 100 ml air dan tambahkan 0,05 ml yang dibuat secara fresh larutan 0,1 N KI dan satu tetes larutan Klorin 50×10^{-6} yang dibuat dengan melarutkan 1 ml natriumhipoklorida (NaOCl) 5% komersial hingga 1 000 ml. Warna biru yang dihasilkan harus habis dengan 0,05 ml natrium tiosulfat 0,1 N.

9.16.4.5 Kalium dikromat, grade standar primer. Kalium dikromat digiling halus dan dikeringkan hingga berat konstan pada sekitar 110°C sebelum penggunaan.

CATATAN Percontoh standar kalium dikromat dengan sertifikat analisis kemungkinan dapat diperoleh dari *National Bureau of Standards di Washington, DC, USA*. Percontoh ini atau yang sebanding, sangat direkomendasikan sebagai standar primer pada metode ini.

9.16.4.6 Natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) – grade reagen.

9.16.5 Larutan

9.16.5.1 Larutan kalium iodida (KI) - 100 g/l (10% larutan). Dibuat dengan melarutkan 100 g KI grade reagen dalam 1 000 ml air deionisasi.

9.16.5.2 Larutan indikator kanji. Dibuat dan diuji seperti yang dicatat dalam reagen. Asam salisilat (1,25 g/l) dapat ditambahkan untuk melindungi indikator. Jika penyimpanan dalam waktu yang lama diperlukan, larutan harus disimpan di refrigerator pada temperatur 4°C sampai 10°C (40°F sampai 50°F). Indikator terbaru harus dibuat bila titik akhir titrasi dari biru ke tidak berwarna menjadi tajam. Jika disimpan di refrigerator, larutan kanji dapat stabil untuk 2 minggu sampai 3 minggu.

9.16.5.3 Larutan sodium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 0,1 N. Larutan ini distandarisasi secara akurat dengan standar primer kalium bikromat. Prosedur sebagai berikut :

9.16.5.3.1 Larutan natrium tiosulfat 0,1 N, dibuat dengan melarutkan 24,8 g natrium tiosulfat dalam air distilasi dan diencerkan hingga 1 liter.

9.16.5.3.2 Timbang 4,9 g kalium dikromat yang digiling halus dan kering ke dalam labu volumetrik 1 000 ml atau botol yang berbeda dengan botol timbang. Keluarkan 25 ml larutan kalium dikromat menggunakan pipet, tambahkan 5 ml asam klorida pekat, 10 ml kalium iodida dan aduk. Biarkan selama 5 menit dan kemudian tambahkan 100 ml air distilasi. Titrasi dengan larutan natrium tiosulfat, digoyangkan secara terus menerus hingga warna kuning hampir menghilang. Tambahkan 1 ml sampai 2 ml indikator kanji dan lanjutkan titrasi, tambahkan larutan tiosulfat secara perlahan hingga warna biru menghilang. Konsentrasi larutan tiosulfat dinyatakan dalam normalitas.

$$\text{Normalitas lar. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{2,5}{\text{ml lar. Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ yang dihabiskan pada titrasi}}$$

9.16.5.4 Larutan *Wijs*

9.16.6 Prosedur

9.16.6.1 Timbang percontoh ke dalam labu iodium berukuran 500 ml sebesar 0,13 – (0,15 ± 0,001) g.

9.16.6.2 Tambahkan 15 ml karbon tetraklorida pada bagian atas percontoh dan mengguncang secara memutar untuk meyakinkan bahwa percontoh larut secara sempurna.

9.16.6.3 Keluarkan 25 ml larutan *Wijs* menggunakan pipet ke dalam labu yang berisi percontoh, tutup labu dan aduk untuk meyakinkan campuran tercampur dengan baik. Segera atur waktu selama 1 jam.

9.16.6.4 Segera simpan labu dalam suasana gelap, pada temperatur $(25 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ selama reaksi yang diperlukan.

9.16.6.5 Pindahkan labu dari tempat penyimpanan dan tambahkan 20 ml larutan KI, diikuti dengan 150 ml air distilasi.

9.16.6.6 Titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N, tambahkan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ secara bertahap dan goyangkan kuat dan konstan. Lanjutkan titrasi hingga warna kuning hampir hilang. Tambahkan 2 ml larutan indikator kanji dan lanjutkan titrasi hingga warna biru menghilang begitu saja.

9.16.6.7 Buat dan lakukan paling kurang satu penentuan blanko untuk masing-masing grup percontoh, secara terus menerus dan serupa untuk semua percontoh.

9.16.7 Perhitungan

$$\text{Angka iodium, AI (\% - b)} = \frac{12,69(B - C)N}{W}$$

Keterangan :

B adalah titrasi blanko (ml);

C adalah titrasi percontoh (ml);

N adalah Normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ml);

W adalah berat eksak percontoh yang ditimbang untuk analisis (g).

CATATAN Larutan *Wijs* menyebabkan luka bakar yang parah dan uapnya dapat menyebabkan kerusakan paru-paru dan mata. Penggunaan lemari asam dianjurkan. Larutan *Wijs* tanpa karbon tetraklorida tersedia secara komersial.

Karbon tetraklorida bersifat karsinogeik. Merupakan racun bila tertelan, terhirup dan terserap oleh kulit. Merupakan narkotika. Dia tidak digunakan untuk memadamkan api, Dapat terdekomposisi menjadi gas phosgene pada temperatur tinggi. TLV 5×10^{-6} di udara. Lemari asam harus digunakan bila menggunakan karbon tetraklorida.

Asam klorida merupakan asam kuat dan dapat menyebabkan luka bakar yang parah. Pakaian pelindung dapat menjadi usang bila bekerja dengan asam ini. Asam ini beracun bila tertelan dan terhirup dan merupakan zat yang mengiritasi kuat pada mata dan kulit. Penggunaan lemari asam dengan prosedur yang benar dianjurkan. Bila asam dilarutkan, selalu tambahkan asam ke air, dan jangan pernah terbalik.

Klorin adalah gas yang bersifat racun. Nilai TLV dalah 1×10^{-6} di udara. Klorin merupakan zat pengoksidasi kuat dan tidak diperbolehkan berkontak dengan bahan organik, hidrogen, bubuk logam dan bahan pereduksi. Lemari asam harus selalu digunakan bila menggunakan klorin.

Asam sulfat merupakan asam kuat dan dapat menyebabkan luka bakar yang parah. Pakaian pelindung dapat menjadi usang bila bekerja dengan asam ini. Asam sulfat merupakan zat pengoksidasi dan tidak disimpan dalam bahan organik. Hati-hati dalam mencampurnya dengan air karena panas yang dihasilkan dapat menyebabkan percikan ledakan. Selalu tambahkan asam ke air dan jangan pernah dibalik.

Asam asetat dalam keadaan murni bersifat toksik yang sedang bila tertelan dan terhirup. Asam ini mengiritasi kuat pada kulit dan jaringan. Nilai TLV di udara adalah 10 ppm.

9.16.8 Rekomendasi

Sebagian besar pabrik mengganti karbon tetraklorida dengan sikloheksana dan asamasetat(1:1) v/v. Dikarenakan permasalahan lingkungan, 1,1,2 – trikloro - 1,2,2 trifluoroetana (Freon 113) tidak dianjurkan. Asam asetat sendiri dan campuran sikloheksana dan asam asetat (4:1) v/v terbukti tidak memuaskan sebagai pengganti karbon tetraklorida.

9.16.9 Beberapa catatan

9.16.9.1 Bila angka Iodium ditentukan pada bahan yang mempunyai sistem terkonjugasi, hasilnya bukan ukuran total ketidakjenuhan, tetapi merupakan nilai empirik yang menunjukkan jumlah ketidakjenuhan yang ada. Hasil reproduibel yang diperoleh memberikan perbandingan total ketidakjenuhan. Bila angka Iodium diperlukan untuk analisis percontoh asam lemak, preparasi dan pemisahan dapat mengacu pada metode AOCS Cd 6-38.

9.16.9.2 Karena preparasi larutan *Wijs* memakan waktu dan memerlukan penggunaan bahan berbahaya dan toksik, larutan ini dapat dibeli dari pemasok bahan kimia. Larutan tersedia dimana tidak mengandung karbon tetraklorida, dan larutan demikian harus digunakan. Semua larutan *Wijs* sensitif dengan temperatur, uap air dan cahaya. Simpan dalam keadaan dingin dan di daerah gelap dan jangan disimpan di temperatur 25°C sampai 30°C.

9.16.10 Pembuatan larutan *Wijs* (sebagai bahan referensi).

9.16.10.1 Bahan kimia

9.16.10.1.1 Asam asetat glasial grade reagen.

Uji permanganat harus digunakan untuk meyakinkan bahwa spesifikasi ini memenuhi.

Uji pemanganat: Larutkan 2 ml asam dengan 10 ml air distilat dan tambahkan 0,1 ml KmnO_4 0,1 N. Warna pink tidak harus seluruhnya habis dalam waktu 2 jam.

Alternatif Pengujian: Tidak adanya bahan pengoksidasi dalam reagen dapat diverifikasi dengan menggoyangkan 10 ml reagen dengan 1 ml larutan kalium dikromat jenuh berair dan 2 ml asam sulfat pekat; tidak ada warna hijau muncul.

9.16.10.1.2 Klorin 99,8%, grade komersial pabrik tersedia dalam tabung tetapi gas harus dikeringkan dengan melewati asam sulfat (sp.gr 1,84) sebelum memasukkan ke dalam larutan iodium.

9.16.10.1.3 Iodium, *grade* reagen.

9.16.10.1.4 Asam klorida (HCl) pekat *grade* reagen, sp gr 1,19.

9.16.10.1.5 Asam sulfat pekat *grade* reagen, sp gr 1,84.

9.16.10.1.6 Iodium monoklorida *grade* reagen.

9.16.10.2 Preparasi laboratorium

9.16.10.2.1 Larutkan 13,0 g iodium dalam 1 liter asam asetat glasial. Panaskan sedikit bila perlu untuk mempercepat kelarutan. Dinginkan, pindahkan sejumlah kecil (100 ml sampai 200 ml) dan simpan dalam wadah dingin untuk pemakaian yang akan datang. Gas klorin kering dilewatkan ke dalam larutan iodium hingga titrasi tidak dua kali. Perubahan warna karakteristik terjadi dalam larutan *Wijs* bila sejumlah klorin yang diinginkan telah ditambahkan. Ini dapat digunakan untuk membantu dalam menilai titik akhir. Prosedur yang sesuai adalah menambahkan sedikit klorin berlebih dan bawa kembali ke titrasi yang diinginkan dengan menambahkan beberapa larutan iodium orisinil yang diambil di awal. Larutan orisinil dan larutan *Wijs* terakhir keduanya dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.

9.16.10.2.2 Larutan *Wijs* dapat dibuat dari Iodin Monoklorida komersial, sebagai berikut:

Pembuatan Larutan stok :

Tambahkan $(317 \pm 0,1)$ g iodium monoklorida ke 1 liter asam asetat glasial dan saring melalui kertas saring Whatman no. 41H, atau sebanding, ke dalam botol gelas aktinik kering. Saring secara cepat untuk mencegah kontaminasi uap air dan simpan di tempat dingin. Buang larutan jika terbentuk endapan.

Pembuatan Larutan *Wijs* :

Masukkan $(117,0 \pm 0,1)$ ml larutan stok ke dalam botol asam asetat glasial dan campur dengan pengadukan (*shaking*).

9.16.10.2.3 Rasio I/Cl larutan *Wijs* harus dalam limit $(1,10 \pm 0,1)$. Prosedur penentuan rasio sebagai berikut :

Kandungan iodium :

Tuangkan 150 ml air jenuh klorin ke dalam 500 ml labu erlenmeyer dan tambahkan beberapa manik-manik kaca. Pipet 5 ml larutan *Wijs* ke dalam labu yang mengandung air jenuh klorin. Goyangkan dan panaskan hingga mendidih. Didihkan secara cepat selama 10 menit, dinginkan dan tambah 30 ml asam sulfat 2% dan 15 ml larutan Kalium Iodida (KI). Campur dengan baik dan titrasi segera dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N hingga titik akhir kanji.

Kandungan halogen Total :

Tuang 150 ml air distilat yang dididihkan ke dalam labu erlenmeyer 500 ml yang bersih dan kering. Tambahkan 15 ml larutan Kalium Iodida 15%. Pipet 20 ml larutan *Wijs* ke dalam labu dan campurkan dengan baik. Titrasi dengan larutan natrium tiosulfat 0,1N hingga titik akhir kanji.

Perhitungan rasio halogen :

$$\text{Rasio Halogen} = \frac{2A}{3B - 2A}$$

Keterangan :

A adalah titrasi kandungan iodium sebagai ml natrium tiosulfat;

B adalah titrasi kandungan total halogen sebagai ml larutan natrium tiosulfat.

9.16.10.3 1% larutan kanji, dapat dibeli dari pemasok bahan kimia.

9.16.10.4 "*Potato Starch for Iodometry*" dianjurkan, karena menghasilkan warna biru yang nyata dengan adanya ion idonium. Kanji terlarut tidak direkomendasikan karena warna biru tidak dapat dihasilkan bila beberapa kanji terlarut berinteraksi dengan ion idonium. Berikut adalah zat pati yang sesuai yang dapat digunakan : Fisher S516-100; Sigma S-2630; JT baker 4006-04.

9.16.10.5 Larutan natrium tiosulfat dapat dibeli dari pemasok bahan kimia. Namun masih harus distandarisasi secara akurat di laboratorium.

9.16.10.6 Penimbangan percontoh harus melebihi 50% sampai 60% larutan *Wijs* dari jumlah yang ditambahkan; misalnya 100% sampai 150% dari jumlah yang diabsorpsi.

9.16.10.7 Indikasi waktu reaksi ditentukan dalam metode angka iodin oleh IUPAC dan waktu reaksi digunakan oleh IUPAC/ISO dalam studi validasi metode untuk sikloheksana dan asam asetat (metode AOCS Cd 1d-92). Sebelum metode angka iodin versi AOCS ditentukan, waktu reaksi adalah 0,5 jam, tanpa memperhatikan angka iodin, tetapi ternyata waktu reaksi yang lebih lama diperlukan pada minyak dengan nilai iodin yang tinggi.

9.16.10.8 Jika reaksi tidak berakhir dalam 3 menit setelah waktu reaksi, percontoh harus di buang.

9.16.10.9 Percontoh harus selesai dititrasi dalam waktu 30 menit, bila lebih maka analisis tidak sah.

9.16.10.10 Pengadukan mekanik dianjurkan untuk pengadukan selama penambahan tiosulfat.

9.17 Prosedur penentuan stabilitas oksidasi

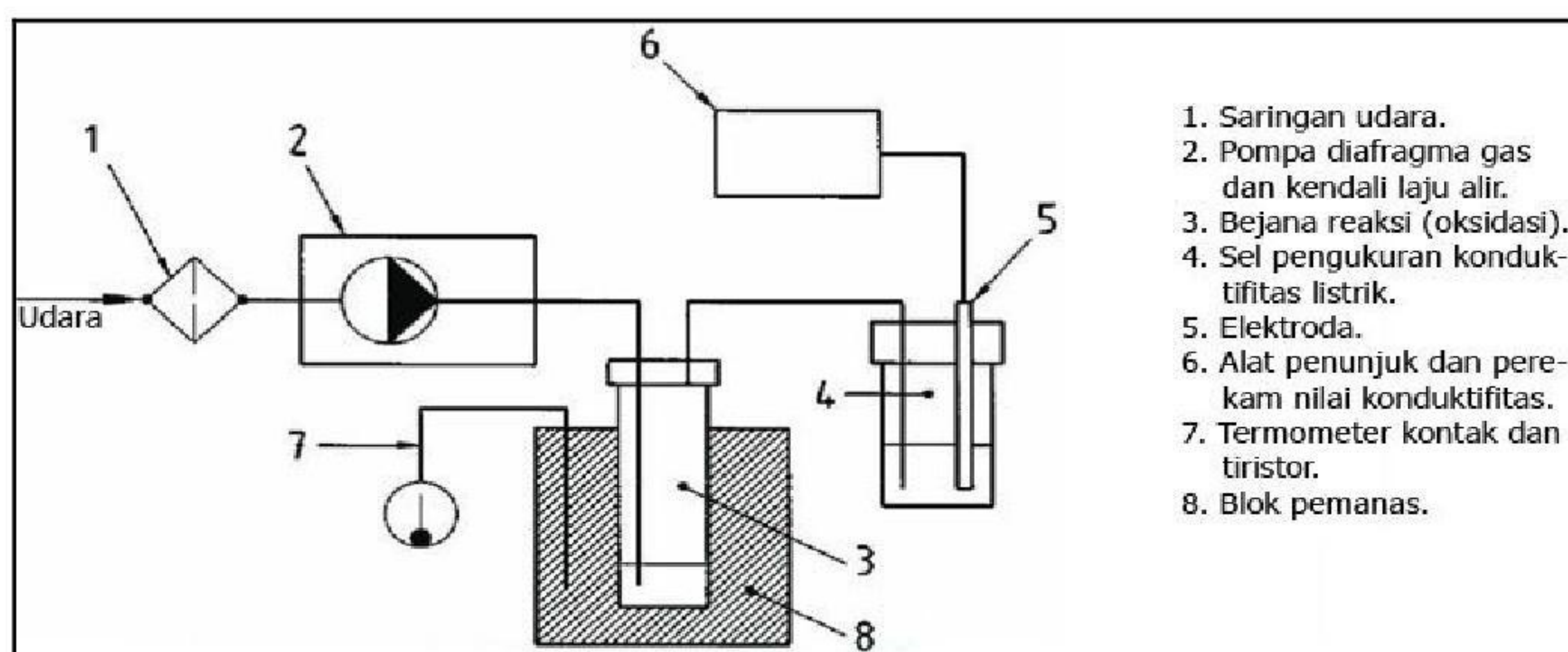
9.17.1 Metode Rancimat

9.17.1.1 Ringkasan metode

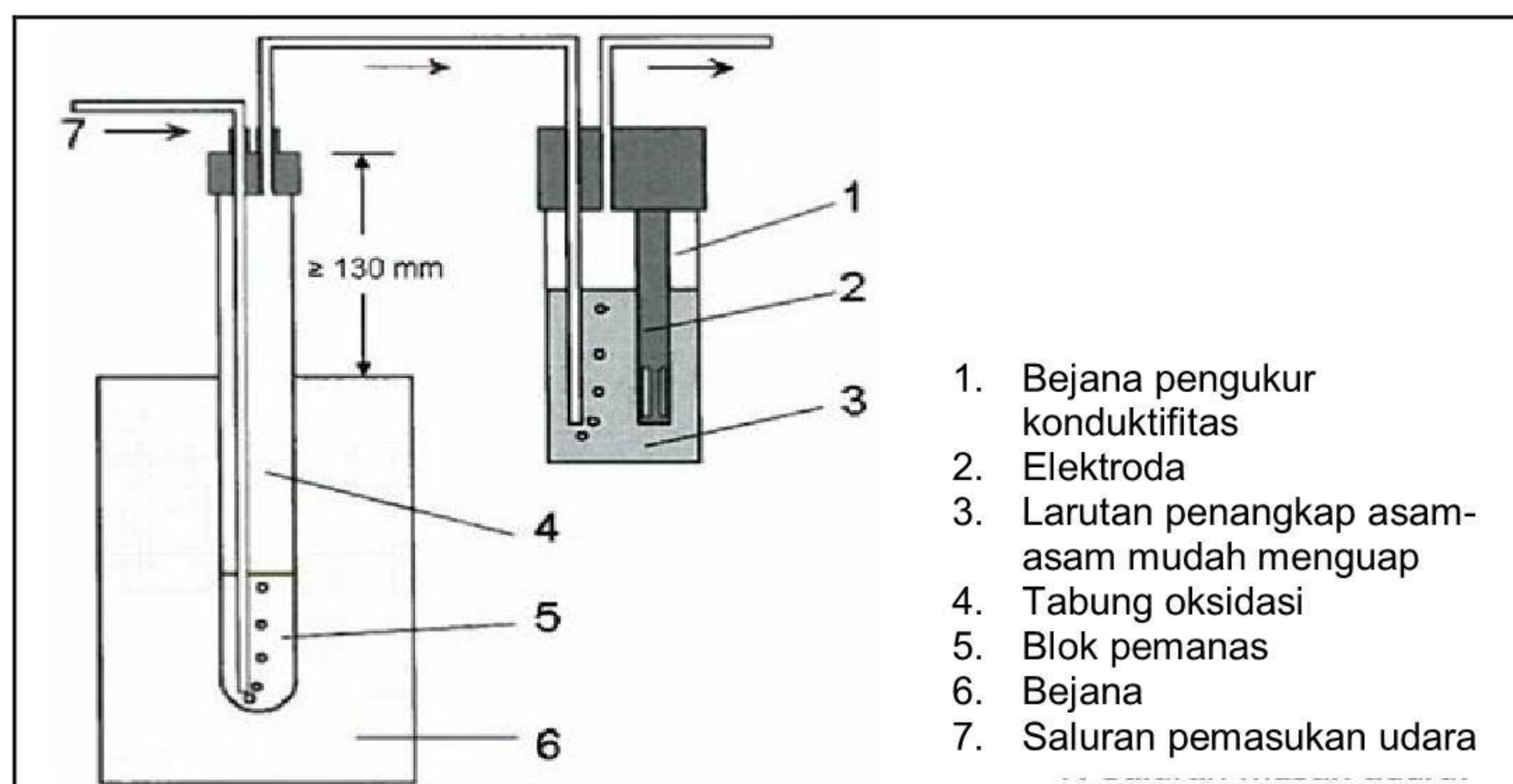
Udara yang telah dimurnikan dialirkan pada percontoh yang dipanaskan dan dipertahankan pada temperatur tertentu. Uap yang dilepaskan selama proses oksidasi dibawa aliran udara tersebut ke sebuah labu yang berisi air demin atau akuades dan dilengkapi dengan sebuah elektroda untuk mengukur konduktivitas listrik. Elektroda ini dihubungkan dengan peralatan pengukur dan perekam, sehingga perangkat mampu menunjukkan akhir dari periode induksi ketika nilai konduktivitas listrik mulai meningkat pesat. Peningkatan nilai konduktivitas diakibatkan oleh penyerapan asam-asam karboksilat mudah menguap, yang dihasilkan oleh proses oksidasi, ke dalam air demin atau akuades.

9.17.1.2 Peralatan

9.17.1.2.1 Seperangkat alat untuk menentukan kestabilan oksidasi ditunjukkan ada Gambar 14 dan Gambar 15 berikut :



Gambar 14 - Diagram perangkat alat Rancimat



Gambar 15 - Diagram blok pemanas, bejana reaksi dan sel pengukur

CATATAN Peralatan untuk penentuan kestabilan oksidasi dengan metode Rancimat sudah tersedia secara komersial.

9.17.1.2.1.1 Saringan udara, terdiri atas sebuah tabung yang bagian dalam ujung-ujungnya berlapis kertas saring dan diisi *molecular sieve*.

9.17.1.2.1.2 Pompa diafragma gas, dilengkapi dengan pengendali aliran manual ataupun otomatis, sehingga mampu memompa gas/udara dengan laju $(10 \pm 1,0)$ liter per jam.

9.17.1.2.1.3 Tabung reaksi/oksidasi yang terbuat dari gelas borosilikat dan dilengkapi tutup penyekat. Panjang/tinggi tabung reaksi ini bergantung pada kedalaman rongga blok pemanas (9.17.1.2.1.8.) dan harus menjulang di atas blok pemanas paling sedikitnya 130 mm (sebagai contoh, panjang total tabung uji/reaksi untuk Rancimat 743 Metrohm adalah 250 mm sedang untuk OSI Instrument Omnion adalah 300 mm). Pada tutup penyekat harus bisa dipasang dua pipa/pembuluh, masing-masing untuk keluar dan masuknya udara. Bagian silindris tabung sebaiknya mengecil beberapa sentimeter di bawah puncaknya, agar bisa memecah busa yang naik ke atas. Tabung dapat juga dilengkapi dengan pemecah busa yang khusus seperti misalnya ring gelas.

9.17.1.2.1.4 Labu pengukuran konduktivitas. Kapasitas sekitar 150 ml dan tutupnya dilengkapi dengan (a). pipa pemasukan udara yang hampir mencapai dasar tabung, (b). tempat pemasangan elektroda, dan (c). lubang untuk ventilasi.

9.17.1.2.1.5 Elektroda untuk mengukur konduktivitas listrik yang sudah disesuaikan dengan dimensi labu (9.17.1.2.1.4.) dengan rentang ukuran $0 \mu\text{S/cm}$ sampai $300 \mu\text{S/cm}$.

9.17.1.2.1.6 Alat pengukur dan perekam yang terdiri atas (a). sebuah penguat sinyal atau *amplifier*, dan (b). rekorder untuk merekam sinyal dari tiap elektroda (9.17.1.2.1.5.).

9.17.1.2.1.7 *Thyristor* dan termometer berskala $0,1^\circ\text{C}$ atau elemen Pt100, untuk mengukur temperatur blok pemanas (9.17.1.2.1.8.). Memiliki kelengkapan untuk sambungan relay dan elemen pemanas. Skala temperatur 0°C sampai 150°C .

9.17.1.2.1.8 Blok pemanas. Terbuat dari alumium dan temperaturnya bisa diatur hingga $(150 \pm 0,1)^\circ\text{C}$. Blok pemanas dilengkapi dengan lubang-lubang untuk tabung-tabung oksidasi

(9.17.1.2.1.3.) dan termometer (9.17.1.2.1.7). Sebagai alternatif dapat juga digunakan bak pemanas yang berisi minyak yang cocok untuk temperatur sampai 150°C dan temperaturnya dapat diatur dengan ketelitian sampai 0,1°C.

9.17.1.2.2 Termometer atau elemen Pt100, dengan rentang ukur temperatur sampai 150°C dan berskala 0,1°C, yang sudah dikalibrasi dan bersertifikat.

9.17.1.2.3 Pipet-pipet ukur dan/atau gelas-gelas ukur.

9.17.1.2.4 Oven yang temperaturnya dapat dipertahankan konstan sampai $(150 \pm 3)^\circ\text{C}$.

9.17.1.2.5 Selang-selang penyambung yang fleksibel dan terbuat dari bahan inert (teflon atau silikon).

9.17.1.2.6 Alat-alat gelas dan non-gelas kelengkapan laboratorium yang layak.

9.17.1.3 Reagen-reagen dan bahan-bahan

9.17.1.3.1 Pelarut campuran terner (metanol-toluena-aseton) dengan perbandingan volume 1 : 1 : 1; mutu pro analisis (p.a.).

9.17.1.3.2 Isopropanol (2-propanol).

9.17.1.3.3 Larutan basa pencuci alat-alat gelas laboratorium.

9.17.1.3.4 *Molecular sieve* berukuran pori 3 nm dan dibubuhi zat penanda kejenuhan (oleh H₂O). Sebelum dipakai, bahan ini harus dikeringkan dalam oven pada 150°C dan didinginkan hingga temperatur kamar di dalam desikator. *Molecular sieve* digunakan untuk mengisi saringan udara (9.17.1.2.1.1).

9.17.1.4 Persiapan pengukuran

9.17.1.4.1 Preparasi percontoh

Simpan percontoh di dalam wadah gelap pada 4°C dan ukur kestabilan oksidasinya sesegera mungkin setelah diterima.

9.17.1.4.1.1 Kuantitas yang dibutuhkan untuk analisis harus diambil dengan pipet dari bagian tengah percontoh (cair) yang telah dihomogenkan.

9.17.1.4.1.2 Percontoh harus segera dianalisis setelah disiapkan.

9.17.1.4.2 Penyiapan peralatan

9.17.1.4.2.1 Prosedur pembersihan

9.17.1.4.2.1^a Untuk menghilangkan sisa-sisa zat organik, tutup-tutup penyekat, sel-sel pengukur konduktivitas, elektroda-elektroda dan selang-selang penyambung harus selalu dicuci dengan pelarut 2-propanol.

9.17.1.4.2.1^b Alat-alat tersebut selanjutnya dibilas dengan air keran dan diakhiri dengan akuades atau air demin.

9.17.1.4.2.1^c Keringkan alat-alat tersebut di dalam oven pada 80°C selama minimal 2 jam untuk menjamin bahwa material-material yang teradsorpsi oleh elastomer-elastomer hilang. Temperatur oven tidak boleh lebih dari 80°C agar kestabilan elastomer terjaga.

9.17.1.4.2.1^d Jika tidak diganti, tabung oksidasi yang sudah dikosongkan serta pipa saluran masuk udara harus dicuci minimal tiga kali dengan pelarut campuran terner, untuk menghilangkan sisa-sisa bahan bakar dan residu organik yang menempel. Pencucian dihentikan jika larutan cucian sudah tidak berwarna.

9.17.1.4.2.1^e Selanjutnya bilas tabung dengan pelarut 2-propanol dan kemudian dengan air keran.

9.17.1.4.2.1^f Masukkan pipa pemasukan udara ke dalam tabung dan isi penuh tabungnya dengan larutan basa pembersih gelas laboratorium. Biarkan tabung terisi penuh selama satu malam pada temperatur kamar.

9.17.1.4.2.1^g Bilas tabung dan pipa pemasukan udara yang telah dibersihkan dengan air keran dan diakhiri dengan akuades atau air demin. Selanjutnya, keringkan di dalam oven pada 80°C selama minimal 2 jam.

9.17.1.4.2.1^h Jika meragukan, kebersihan tutup-tutup penyekat dan selang-selang penyambung dapat diperiksa dengan melakukan analisis blangko (tanpa percontoh) pada kondisi analisis yang baku. Peralatan yang bersih tidak akan menghasilkan kenaikan konduktivitas melebihi 10 µS/cm dalam waktu 5 jam atau kurang.

CATATAN Disarankan menggunakan tabung reaksi dan selang-selang penyambung yang baru atau sekali-pakai (*disposable*).

9.17.1.4.2.2 Penentuan koreksi temperatur

9.17.1.4.2.2^a Selisih temperatur blok pemanas dengan temperatur percontoh di dalam tabung reaksi/oksidasi disebut koreksi temperatur (ΔT). Untuk penentuan ΔT , digunakan sensor temperatur eksternal yang sudah dikalibrasi.

9.17.1.4.2.2^b Sebelum penentuan ΔT dimulai, blok pemanas harus sudah dipanaskan sampai temperatur konstan beberapa derajat di atas 110°C.

9.17.1.4.2.2^c Isi satu tabung reaksi dengan 5 gram minyak tahan panas (*thermo-stable oil*). Sisipkan sensor temperatur terkalibrasi melalui tutup ke dalam tabung reaksi. Gunakan penjepit untuk menahan agar sensor cukup jauh dari pipa pemasukan udara. Sensor harus menyentuh dasar tabung.

9.17.1.4.2.2^d Benamkan sedalam mungkin tabung ke dalam blok pemanas serta sambungkan pipa pemasukan udara dan alirkan udara dengan laju 10 liter per jam.

9.17.1.4.2.2^e Jika sensor telah menunjukkan nilai temperatur yang konstan, hitung nilai koreksi temperatur (ΔT) sebagai selisih temperatur blok pemanas (T_{blok}) dengan temperatur sensor (T_{sensor}), $\Delta T = T_{\text{blok}} - T_{\text{sensor}}$.

9.17.1.4.2.2^f Tetapkan temperatur blok pemanas pada pengujian kestabilan oksidasi : $T_{\text{blok}} = (110 + \Delta T) ^\circ\text{C}$.

9.17.1.5 Prosedur pengukuran/analisis kestabilan oksidasi

9.17.1.5.1 Susun peralatan seperti diperlihatkan dalam Gambar 14. Jika peralatan diperoleh secara komersial, ikuti instruksi-instruksi di dalam buku manualnya.

9.17.1.5.2 Periksa tingkat perubahan warna *molecular sieve* di dalam saringan udara (9.17.1.2.1.1). Jika hampir seluruh *molecular sieve* telah berubah warna, ganti dengan *molecular sieve* yang baru (9.17.1.3.4).

9.17.1.5.3 Pasangkan pompa udara tipe diafragma (9.17.1.2.1.2) dan atur aliran udara hingga tepat 10 liter per jam. Kemudian matikan pompa dan jika dihidupkan kembali, udara akan mengalir pada laju yang telah diset.

9.17.1.5.4 Panaskan blok pemanas hingga bertemperatur $(110 + \Delta T)^{\circ}\text{C}$ dengan menggunakan *thyristor* dan termometer (9.17.1.2.1.7) atau menggunakan pengendali elektronik. Temperatur blok pemanas harus bisa dipertahankan konstan dengan fluktuasi maksimal $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ selama pengujian. Jika yang digunakan adalah bejana pemanas, lakukan pemanasan serupa.

9.17.1.5.5 Isi labu pengukur konduktivitas (9.17.1.2.1.4) dengan 60 ml akuades atau air demin dengan menggunakan pipet ukur (9.17.1.2.3). untuk menghasilkan kurva konduktivitas yang mulus, terutama di bagian yang menanjak pesat, upayakan agar temperatur isi labu tidak lebih dari 25°C . (Di atas 25°C , asam-asam karboksilat mudah menguap bisa kabur dari air di dalam sel sehingga menurunkan konduktivitas dan membuat kurva konduktivitas jadi tidak mulus).

9.17.1.5.6 Periksa elektroda-elektroda (9.17.1.2.1.5) dan atur sinyalnya dengan potensiometer pengkalibrasi, sehingga berada pada sumbu nol kertas rekorder. Set kecepatan kertas pada 10 milimeter per jam dan frekuensi pengukuran pada satu pengukuran per 30 detik. Set nilai pengukuran $200\ \mu\text{S}/\text{cm}$ sebagai nilai maksimum (100%). Jika kecepatan kertas tidak bisa diset pada 10 milimeter per jam, gunakan 20 milimeter per jam dan catat pada kertas rekorder. [Peralatan komersial bisa mengakuisisi data dengan komputer]

9.17.1.5.7 Timbang $(7,5 \pm 0,1)$ gram percontoh yang telah dihomogenkan (lihat 9.17.1.4.1) ke dalam tabung reaksi dengan menggunakan pipet (9.17.1.2.3).

9.17.1.5.8 Hidupkan pompa udara tipe diafragma dan set alirannya tepat pada 10 liter per jam. Sambungkan pipa-pipa pemasukan dan pengeluaran udara dengan tabung reaksi dan labu pengukuran konduktivitas dengan menggunakan selang-selang penyambung (9.17.1.2.5).

9.17.1.5.9 Benamkan tabung reaksi bertutup penyekat pada lubang tempatnya di dalam blok/bejana pemanas yang telah mencapai temperatur $(110 + \Delta T)^{\circ}\text{C}$.

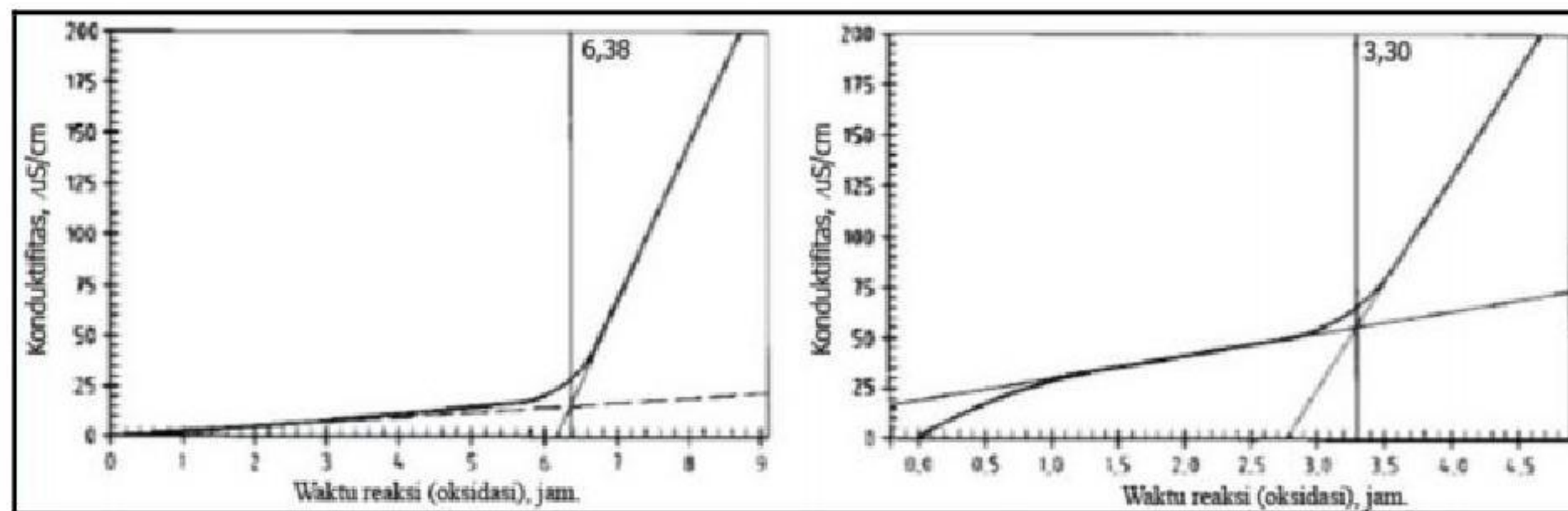
CATATAN Langkah-langkah 9.17.1.5.8. dan 9.17.1.5.9. harus dilakukan secepat mungkin dan segera dilakukan pencatatan data pada kertas rekorder. Lama pengukuran harus selalu diperiksa dan diatur agar laju alir udara konstan pada 10 liter per jam.

9.17.1.5.10 Penghentian pengukuran

Pengukuran dihentikan ketika:

9.17.1.5.10.1 Sinyal telah mencapai 100% ($200\ \mu\text{S}/\text{cm}$) pada skala rekorder; lihat diagram kiri pada Gambar 16.

9.17.1.5.10.2 Kurva konduktivitas kembali mendatar setelah melampaui periode induksi (lihat diagram kanan pada Gambar 16). Pengujian tidak dihentikan sebelum kurva konduktivitas mendatar, untuk menjamin pengukuran garis singgung kedua kurva dengan akurat.



Gambar 16 - Indikasi-indikasi penghentian pengukuran

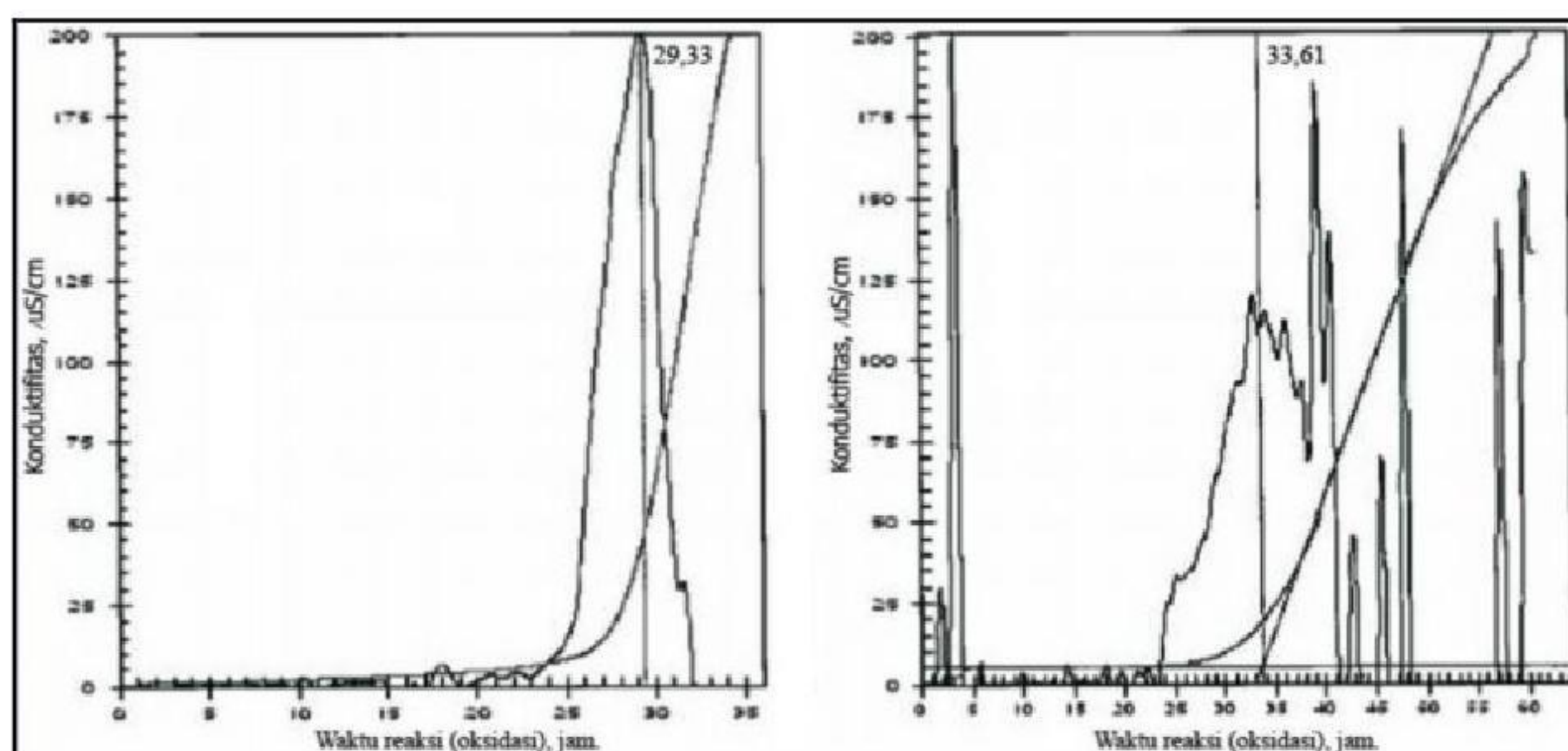
9.17.1.6 Perhitungan dan evaluasi

9.17.1.6.1 Evaluasi otomatis

9.17.1.6.1.1 Cara evaluasi otomatis yang dilakukan dan dilaporkan bisa diterima jika turunan kedua dari kurva konduktivitas secara jelas menunjukkan nilai maksimum. Hal ini umumnya diperoleh pada pengujian biodiesel EMAL/FAME (Ester Metil Asam Lemak / *Fatty Acid Methyl Ester*) murni. Lihat diagram kiri pada Gambar 16.

9.17.1.6.1.2 Jika turunan kedua dari kurva konduktivitas sangat berfluktuasi (*noisy*) dan titik maksimum yang jelas tidak bisa diidentifikasi maka evaluasi manual kurva konduktivitas harus dilakukan. Lihat diagram kanan pada Gambar 16.

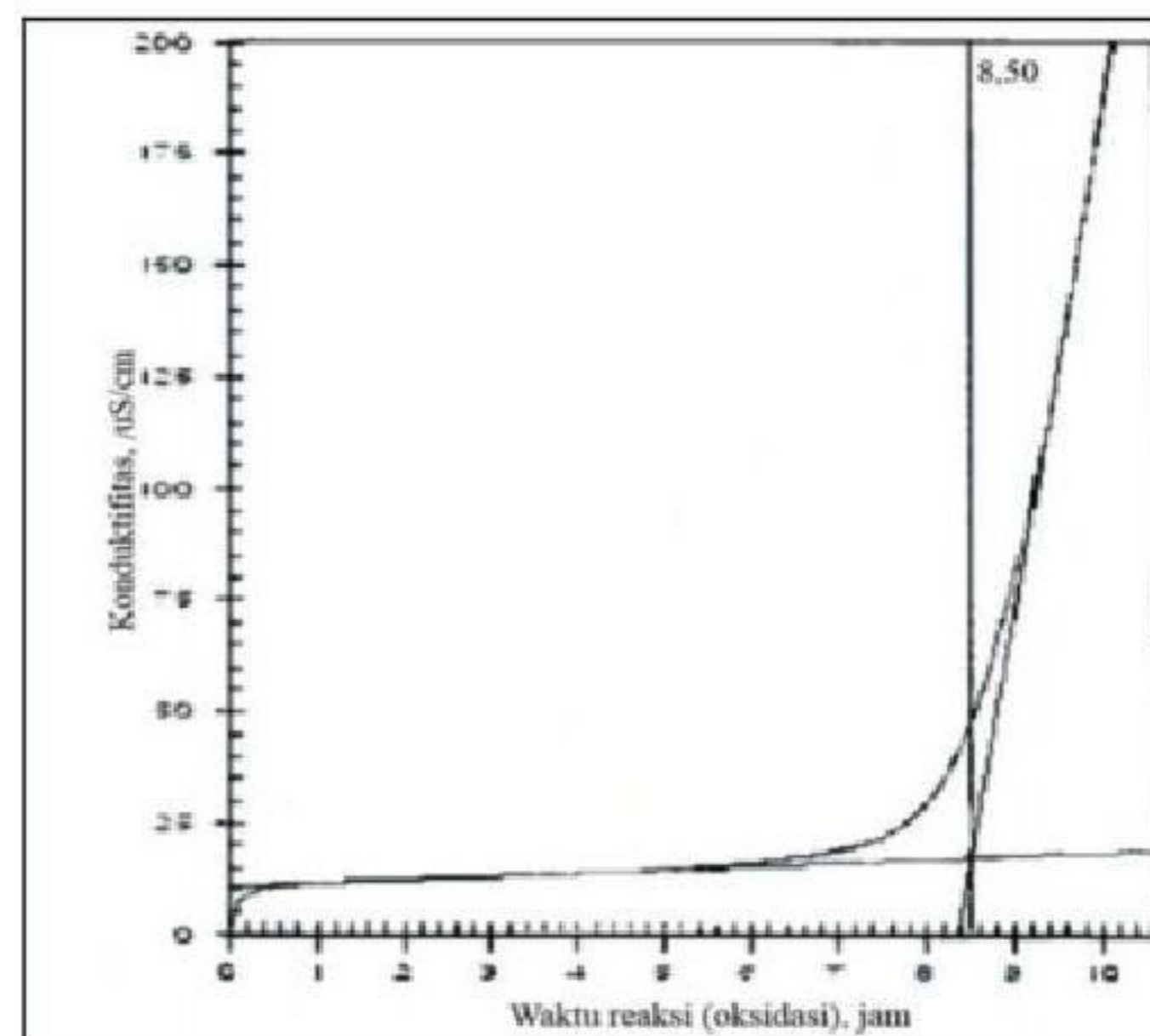
Program-program komputer biasanya memungkinkan tampilan serempak kurva konduktivitas dan turunan keduanya, sehingga operator mampu memeriksa nilai periode induksi yang dihitung secara otomatis.



Gambar 17 - Indikasi-indikasi evaluasi

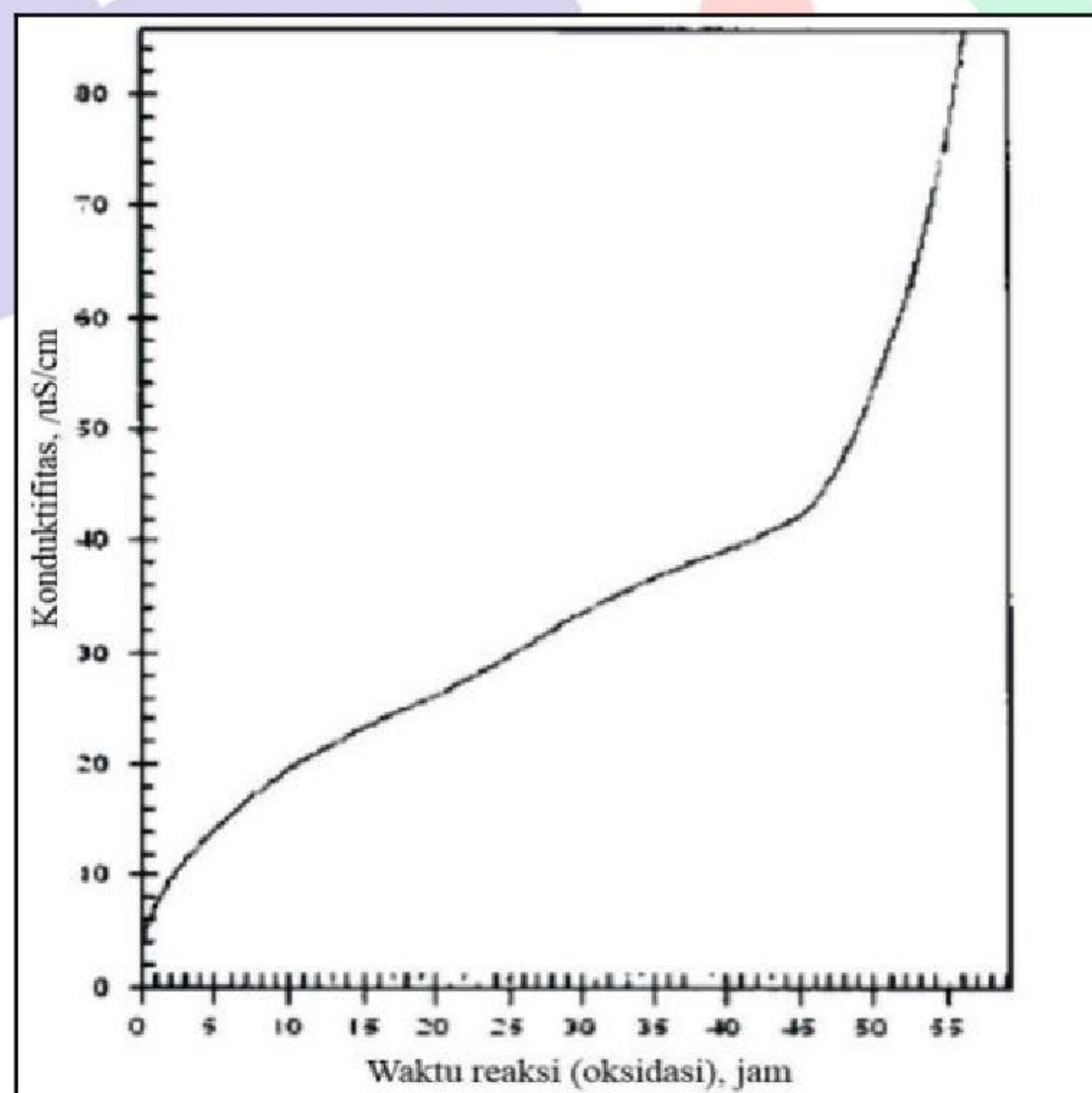
9.17.1.6.2 Evaluasi manual

9.17.1.6.2.1 Tarik garis singgung pertama pada daerah paling mendatar dari bagian kurva yang naik perlahan. Lakukan dengan seksama agar garis singgungnya akurat; misalnya dengan memperbesar kurva konduktivitas. Beberapa instrumen menyediakan fungsi pembesaran. Garis singgung kedua ditarik pada bagian kurva yang menanjak tajam setelah periode induksi dilewati (lihat Gambar 18).



Gambar 18 - Evaluasi manual kurva konduktifitas dengan penggambaran penarikan garis singgung

9.17.1.6.2.2 Periode induksi diperoleh sebagai absis titik potong kedua garis singgung. Kenaikan kurva konduktivitas yang cepat di awal pengukuran dan sebelum tercapainya periode induksi, merupakan salah satu pertanda bahwa tutup-tutup penyekat atau selang-selang penyambung tidak bersih (ada penguapan sisa-sisa senyawa mudah menguap dari kedua komponen peralatan tersebut) dan adanya asam-asam yang menguap di dalam percontoh; lihat Gambar 19.



Gambar 19 - Kurva yang mengindikasikan adanya ketidakbersihan peralatan dan adanya asam-asam yang menguap di dalam percontoh

9.17.1.7 Pelaporan hasil

Laporkan periode induksi percontoh dalam satuan jam dengan satu angka di belakang koma.

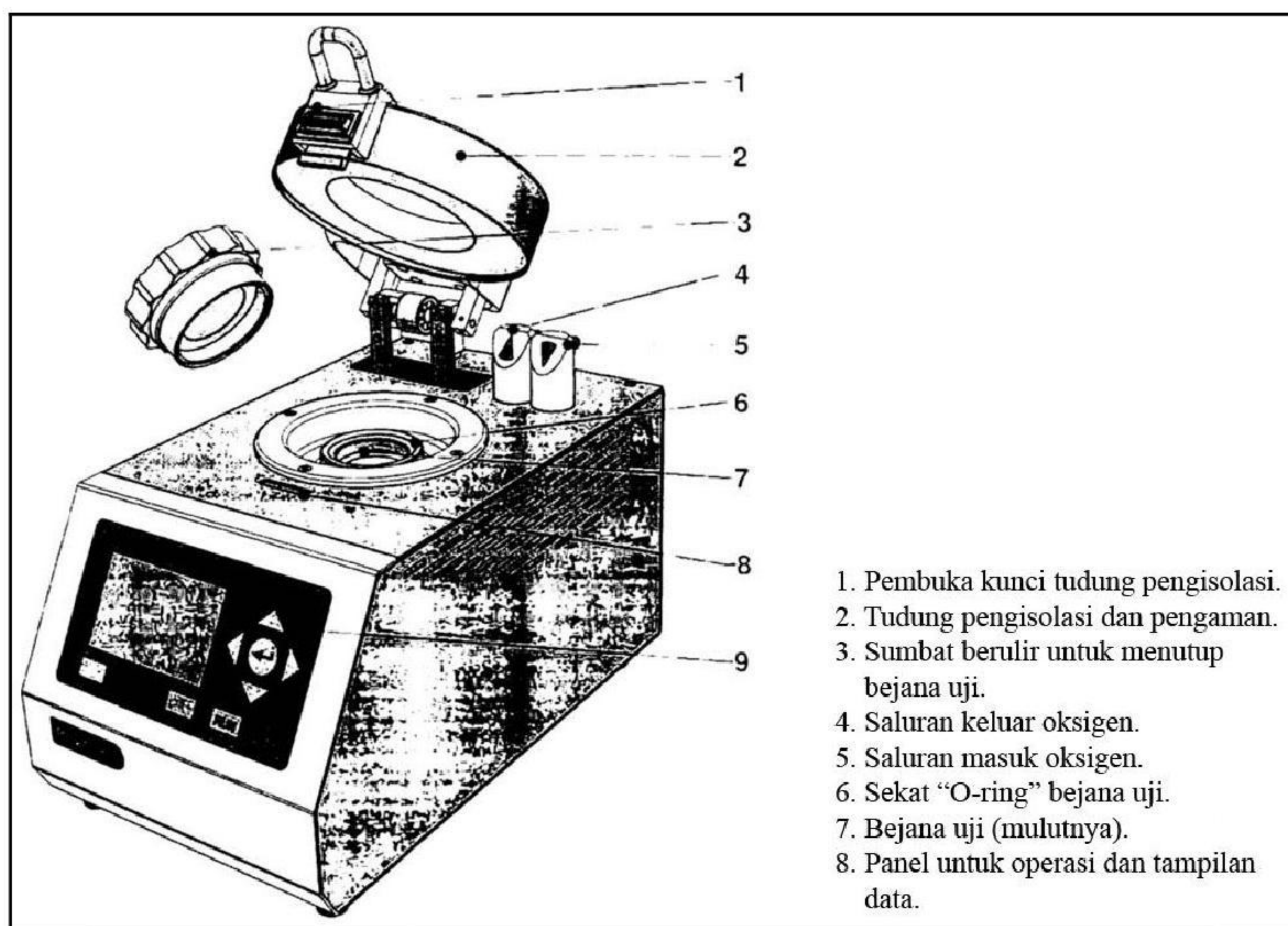
9.17.2 Metode Petro Oksi

9.17.2.1 Ringkasan metode

Suatu percontoh (5 ml) dimasukkan ke dalam tabung tekan yang kemudian diisi oksigen hingga bertekanan 700 kPa pada temperatur kamar. Pengujian dimulai dengan memanaskan tabung hingga temperatur 140°C. Tekanan tabung direkam secara kontinu sampai periode induksi, yang ditandai tercapainya tekanan sebesar 10% di bawah tekanan maksimum operasi tabung. Periode induksi tersebut adalah indikator kestabilan oksidasi percontoh.

9.17.2.2 Peralatan

9.17.2.2.1 Umum – Metode uji ini menggunakan alat uji oksidasi yang terkendali otomatis dan terdiri atas sebuah tabung oksidasi berisi cawan penampung percontoh yang dapat dipanaskan cepat, dilengkapi sensor tekanan yang mampu mengukur hingga 2 000 kPa, dan sensor temperatur yang mampu mengukur hingga ketelitian 0,1°C. Lihat Gambar 20.



Gambar 20 - Peralatan uji oksidasi cepat skala kecil.

9.17.2.2.2 Tekanan dan temperatur di dalam tabung oksidasi direkam secara kontinu selama pengujian. Tabung tekan oksidasi dilengkapi dengan keran-keran pengisi dan pelepas serta dilengkapi dengan mekanisme pelepas tekanan secara otomatis. Sebuah kipas pendingin terpadu mampu mendinginkan tabung dari temperatur uji hingga temperatur kamar.

9.17.2.2.3 Pipet ukur yang bersih, bebas dari kontaminasi percontoh sebelumnya, dan mampu memindahkan (5,0 ± 0,1) ml percontoh.

9.17.2.3 Reagen-reagen dan bahan-bahan

9.17.2.3.1 Etanol 95%-v/v. Pelarut untuk menghilangkan sisa-sisa oksidasi dari tabung oksidasi.

9.17.2.3.2 Oksigen. Ekstra kering, kemurnian minimal 99,6%.

9.17.2.3.3 Kertas tissue halus untuk membersihkan permukaan yang peka.

9.17.2.3.4 Sekat-sekat "O-ring" – untuk menyekat cawan percontoh.

9.17.2.4 Kalibrasi

9.17.2.4.1 Ketepatan pengukuran temperatur dan tekanan peralatan uji harus dikalibrasi ulang tiap 12 bulan.

9.17.2.4.2 Sedikitnya tiap tiga bulan, harus diperiksa bahwa pemanas pada peralatan uji layak beroperasi dan temperatur pada tabung tekan dapat mencapai $(140 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$ dalam waktu tidak lebih dari lima menit.

9.17.2.5 Penyiapan peralatan

Untuk menghindari terjadinya ledakan bejana tekan dan bahaya yang ditimbulkan bahan bakar yang panas, peralatan uji harus dilengkapi selubung/dinding pengaman.

9.17.2.5.1 Singkirkan percontoh dari pengujian sebelumnya dengan pipet atau alat sejenis.

9.17.2.5.2 Buang "O-ring" yang telah digunakan dalam pengujian sebelumnya.

9.17.2.5.3 Bersihkan cawan percontoh, sekat ulir, dan tutup bejana uji dengan kertas *tissue* halus yang dibasahi dengan etanol 95%-v/v sehingga bebas dari getah dan sisa-sisa oksidasi lainnya.

9.17.2.5.4 Biarkan cawan uji dan tutup bejana mengering pada temperatur kamar dan periksa kebersihannya.

9.17.2.5.5 Pasang sekat "O-ring" baru.

9.17.2.6 Prosedur uji kestabilan oksidasi

9.17.2.6.1 Nyalakan peralatan. Yakinkan bahwa bejana tekan dan percontoh berada pada temperatur kamar.

9.17.2.6.2 Dengan pipet ukur (9.17.2.2.3) tempatkan $(5 \pm 0,1)$ ml percontoh yang akan diuji di dalam bejana (no. 7 pada Gambar 20),

9.17.2.6.3 Tutup bejana dengan sumbat berulir (no. 3 pada Gambar 20) dan tutup bejana uji dengan tudung pengisolasi dan pengaman (no. 2 pada Gambar 20.).

9.17.2.6.4 Alirkan oksigen ke dalam bejana tekan sehingga bejana bertekanan (700 ± 5) kPa dan stabilkan selama 20 detik.

9.17.2.6.5 Segera sesudah masa penstabilan 20 detik selesai, nyalakan pemanas; pencatat waktu pada peralatan akan secara otomatis aktif.

9.17.2.6.6 Pemanas akan memanaskan bejana tekan dan isinya hingga temperatur ($140 \pm 0,5$)°C dalam waktu tidak lebih dari lima menit.

9.17.2.6.7 Jika dalam lima menit pertama (yaitu ketika alat dalam pemanasan) tekanan bejana terus menurun maka peralatan terindikasi bocor. Hentikan pengujian dan buang percontoh. Laju kebocoran tidak boleh lebih dari 2 kPa/h. Jika laju kebocoran meningkat, periksa komponen-komponen berikut : sekat "O-ring" (mungkin rusak atau terkontaminasi percontoh), permukaan bejana uji (mungkin rusak), cawan percontoh (mungkin terkontaminasi sisa-sisa percontoh).

9.17.2.6.8 Peralatan secara otomatis mencatat temperatur (dengan ketelitian hingga 0,1°C) dan tekanan bejana oksidasi (dengan ketelitian hingga 1 kPa) secara kontinu.

9.17.2.6.9 Peralatan secara otomatis menghentikan pengujian ketika pembaca tekanan menunjukkan penurunan 10% dari tekanan maksimum yang teramati sebagai akhir dari periode induksi.

9.17.2.6.10 Catat dan laporkan periode induksi dalam satuan menit.

9.17.2.6.11 Hentikan pengujian jika penurunan 10% tersebut belum juga terjadi sesudah 100 menit. Laporkan bahwa periode induksi lebih dari 100 menit.

Ketika pengujian dihentikan, peralatan uji akan secara otomatis menghidupkan kipas pendingin agar bejana tekan mencapai temperatur kamar. Ketika bejana telah cukup dingin, peralatan akan secara otomatis melepaskan tekanan bejana melalui sebuah keran dengan kecepatan pelepasan tidak lebih dari 345 kPa/menit. Sesudah proses pendinginan dan pelepasan tekanan berakhir, buka tudung dan tutup peralatan serta bejana dan bersihkan menurut prosedur 9.17.1.5.1. sampai 9.17.1.5.5.

Bibliografi

ASTM D 6751-11, *Standard specification for biodiesel fuel (B100) blend stock for distillate fuels.*

EN 14214: 2002(E), *Automotive fuels - fatty acid methyl esters (FAME) for diesel engines requirements and test methods.*

AOCS Cd 3-25, *Saponification value (oils and fats).*

